

超临界 CO₂ 流体萃取肿节风中有有效成份的工艺研究

★ 黄恩堂 (江西省鹰潭市食品药品检验所 鹰潭 335000)

摘要:目的:考察超临界 CO₂ 流体萃取肿节风有效成份的最佳工艺。方法:采用正交试验设计,以异秦皮啶含量为考察指标,对影响超临界 CO₂ 流体萃取因素进行研究。结果:最佳萃取工艺条件为:萃取压力 20 MPa、萃取温度 35 ℃、分离压力 5 MPa、分离温度 45 ℃。结论:超临界 CO₂ 流体萃取技术可用于肿节风有效成分提取。

关键词:肿节风;超临界 CO₂ 萃取;异秦皮啶

中图分类号:TQ 460.6 **文献标识码:**A

肿节风为常用中药,系金粟兰科(Chloranthaceae)草珊瑚属植物草珊瑚 *Sarcandra glabra* (Thunb) Nakair 的干燥全株。《中国药典》2005 年版收载其作为法定药材使用。肿节风味苦、辛、性平,具清热凉血,活血消斑,祛风通络等功效,用于治疗血热紫斑、紫癜,风湿痹痛,跌打损伤等症^[1]。也是药典及部(局)颁药品标准中单味药制剂和许多复方制剂的处方药物。肿节风含有酚类、鞣质、黄酮苷、香豆素和内酯。目前,已从中分离出化合物有 30 个,包括倍半萜(苷)类 13 个,黄酮(苷)类 9 个,有机酸 2 个,香豆素类 3 个,以及其他类化合物 3 个^[2]。肿节风或含肿节风的制剂多为水煮浸膏配制而成。浸膏由于水煮温度高、时间长,肿节风中的许多成份会发生分解、氧化或水解等作用。为避免高温的影响,我们采用超临界 CO₂ 萃取的工艺,在低温条件下完成提取^[3]。本实验以异秦皮啶含量为指标,采用正交试验设计,研究超临界 CO₂ 萃取的最佳工艺,为肿节风的进一步开发利用提供参考。

1 仪器与材料

1L SFE 超临界流体萃取设备(广州市轻工研究所制造);PC2000 型高效液相色谱仪(美国科学系统公司);SSI500 型紫外检测器;Anastor 色谱工作站。异秦皮啶对照品(0837-9902 中国药品生物制品检定所),肿节风药材由江西省贵溪市医药公司地产收购。乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 超临界萃取过程 将肿节风全草粉碎(过三号筛)成粉末,取 200 g 装入萃取釜,以乙醇作夹带剂,对 SFE 系统加热,当温度达到预定温度时,打开 CO₂ 气瓶送气,当压力达到预定值,开始循环萃取 1.5 小时,在预定压力下分离出料,通过真空旋转蒸发去掉夹带剂乙醇,得干燥的肿节风萃取物。

2.2 异秦皮啶含量测定 参照《中国药典》2005 年版一部“肿节风片”含量测定方法测定异秦皮啶含量。

2.3 正交试验 考查因素有萃取压力(A)、萃取温度(B)、分离压力(C)、分离温度(D)4 因素,见表 1。按 L₉(3⁴)安排试验,实验方案及实验结果见表 2,方差分析见表 3。

表 1 因素水平表

水平	A/MPa	B/℃	C/MPa	D/℃
1	10	35	5	40
2	15	40	10	45
3	20	45	15	50

表 2 正交试验方案与结果分析

试验号	A	B	C	D	异秦皮啶含量/mg·g ⁻¹
1	10	35	5	40	31.97
2	10	40	10	45	22.27
3	10	45	15	50	13.95
4	15	35	10	50	30.49
5	15	40	15	40	8.40
6	15	45	5	45	27.94
7	20	35	15	45	24.03
8	20	40	5	50	25.75
9	20	45	10	40	27.92
K ₁	22.72	28.83	28.55	22.76	
K ₂	22.28	18.81	26.89	24.75	
K ₃	25.90	23.27	15.46	23.40	
R	3.62	10.02	13.09	1.99	

表 3 方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	F 值	P 值
A	23.38	2	3.80	0.208
B	151.30	2	24.57	0.039
C	304.91	2	49.52	0.020
误差	6.16	2		

分析正交试验结果可知:肿节风超临界 CO₂ 萃取中,4 个因素影响的大小顺序为:分离压力>萃取温度>萃取压力>分离温度,最佳试验条件为 A₃B₁C₁D₂,即萃取压力 20 MPa、萃取温度 35 ℃、分离压力 5 MPa、分离温度 45 ℃。

选择上述最佳条件进行验证试验。在 A₃B₁C₁D₂ 试验条件下,测得肿节风中异秦皮啶的含量为 3 526 mg/g(n=3),由此证明上述最佳条件是可信的。

3 讨论

用本试验选择的最佳条件提取的干浸膏颜色为淡绿色,以每克干燥肿节风药材计算,其异秦皮啶的含量为 3 526 mg/g。本方法为更好地开发利用肿节风提供了依据。

参考文献

- [1]药典委员会.中国药典(一部)[S].北京:化学工业出版社,2005
- [2]王钢力.肿节风的化学成份及其制剂质量控制研究进展[J].中草药,2003,34(8):附 12
- [3]赵普军,黄元.CO₂ 超临界萃取在中药提取有效成份中的应用[J].中国中药杂志,2003,28(5):33

(收稿日期:2006-02-04)