

正交设计试验法优化“金圣香”中药复方的提取工艺研究

★ 黄卫东¹ 樊海燕¹ 汪国华² 张文惠² (1. 江西中烟工业公司 南昌 330096; 2. 江西中医学院 南昌 330006)

摘要:目的:优化“金圣香”中药复方的提取工艺条件。方法:采用正交设计试验法。结果:影响浸提效果的因素主次为混合溶剂(种类)(A) > 回流温度(C) > 回流时间(B),混合溶剂(种类)(A)因素有极显著影响,回流温度(C)因素有显著影响,最佳提取条件为 $A_3C_3B_1$,即采用20倍量混合溶剂AⅢ,65℃回流提取2次,每次4h。结论:按正交设计试验法优化的工艺条件提取“金圣香”中药复方,工艺可行,浸膏质量稳定。

关键词:正交试验;提取工艺研究;淫羊藿苷;大黄总蒽醌;补骨脂素;异补骨脂素

中图分类号:TQ 460.6 **文献标识码:**A

Optimization of extraction for complex prescription of traditional Chinese medicine Jinshengxiang based on orthogonal design

HUANG Wei-dong¹, FAN Hai-yan¹, WANG Guo-hua², ZHANG Wen-hui²

1. Jiangxi Zhongyan industry corporation, Nanchang 330096

2. Jiangxi university of traditional Chinese medicine, Nanchang 330006

Abstract: Objective: To explore the optimum extracting conditions for Jinshengxiang. Methods: The orthogonal method. Results: According to the results of orthogonal experiment, the influence factors was $A > C > B$, A had a significant effect. The optimum conditions for extraction thus established to be: Mix solution (A) as extraction solvent, ratio of solid to solvent of 1:20, reflux temperature (C) of 65℃, extraction times of 2, 4 h for each time (B). Conclusion: It is feasible to extract Jinshengxiang by the optimized conditions, and the quality of the extract was steady.

Key words: orthogonal design; extraction technology; icariin; total anthraquinone in radix et rhizome rhei; psoralen; isopsoralen

“金圣香”I号中药复方由淫羊藿、大黄、补骨脂等五味组成。具有补益肺肾,清咽利嗓的功效。所含主要药效成分为淫羊藿苷^[1],大黄总蒽醌^[2],补骨脂素与异补骨脂素^[3]等,它们在一定比例范围的混合溶剂(种类)A中均可溶解。原提取工艺采用低温温浸,费时较长。本文拟通过 $L_9(3^4)$ 正交设计试验,优化提取工艺条件,提高提取效率。

1 材料与仪器

中药材(均由江西省南昌市医药公司提供:淫羊藿产地四川,大黄产地甘肃,补骨脂等其它3味产地安徽);对照品:淫羊藿苷(批号:110737-200312)、大黄酸(批号:0757-200206)、芦荟大黄素(批号:

110795-200605)、大黄素(批号:110756-200110)、大黄素甲醚(批号:110758-200610)、大黄酚(批号:110796-200311)、补骨脂素(批号:110739-200512)、异补骨脂素(批号:110738-200309),以上对照品均由中国药品生物制品检定所提供,溶剂(食用规格),其它试剂均为分析纯。

多功能提取罐[德国E&E(易恩)工艺技术有限公司];HH-8数显恒温水浴锅(常州国华电器有限公司);GQ75管式高速离心机(上海知正离心机有限公司);高效液相色谱仪(Agilent 1100 series,色谱柱:ZORBAX 150 mm × 4.6 XDB-C₁₈)。

2 方法与结果

<http://www.ajutcm.com>

2.1 药材的鉴定

淫羊藿、大黄、补骨脂等药材经南昌市医药公司晏爱英药师鉴定,符合《中国药典》(2005 年版,一部)各项下的规定,为合格药材。

2.2 含量测定

药材及提取液的有效成分(大黄总蒽醌,补骨脂素与异补骨脂素和淫羊藿苷)的含量测定方法均参照《中国药典》(2005 年版,一部)各项下的高效液相色谱法^[4]。

2.3 正交设计试验

根据预试验结果及原工艺参数,固定药材回流次数为 2 次;同时固定溶剂总重量为药材重量的 20 倍。以混合溶剂(种类)、回流时间和回流温度为考察因素,分别测定提取液中总蒽醌,补骨脂素与异补骨脂素,淫羊藿苷含量,计算总有效成分提出量,兼顾提取液干膏得率(%),进行综合评价,确定最佳提取工艺。因素水平见表 1。

表 1 因素水平表

水平	A 混合溶剂(种类)	B 回流时间(h)	C 回流温度(℃)
1	A I	4	45
2	A II	5	55
3	A III	6	65

按处方量称取各味药材,共计 9 份,每份 86.5 g,按正交表的试验安排,分别以不同种类的混合溶剂作溶剂,将药材浸泡 2 小时后回流提取二次,第一次加 12 倍溶剂(含药材吸液量),第二次加 9 倍溶剂。药液合并,高速离心,记录离心液总重量。精密称取离心液 20 ml,水浴蒸干,再置干燥器中干燥至恒重。计算干膏得率;其余药液分别取样测定总蒽醌含量,补骨脂素与异补骨脂素含量和淫羊藿苷含量,并计算总有效成分提出量(g)。试验结果与方差分析见表 2。

表 2 $L_9(3^4)$ 回流提取正交试验与结果

试验号	因素				干膏得率 (%)	药材中大 黄总蒽醌 提出量/g	药材中补骨 脂素与异补 骨脂提出量/g	药材中淫 羊藿苷提 出量/g	总有效成分 提出量/g
	A	B	C	D					
1	1	1	1	1	20.38	0.22594	0.07021	0.15439	0.45054
2	1	2	2	2	22.62	0.18877	0.08199	0.17627	0.44703
3	1	3	3	3	24.11	0.26078	0.07948	0.16410	0.50436
4	2	1	2	3	22.08	0.34892	0.07506	0.17099	0.59497
5	2	2	3	1	23.68	0.42631	0.07542	0.18494	0.68667
6	2	3	1	2	21.10	0.31369	0.07502	0.15966	0.54837
7	3	1	3	2	21.81	0.42394	0.06837	0.19336	0.68567
8	3	2	1	3	19.20	0.34321	0.05903	0.17701	0.57925
9	3	3	2	1	21.47	0.34661	0.07657	0.17817	0.60145

以干膏得率(%)为指标

K1	67.11	64.27	60.68	65.53
K2	66.86	65.5	66.17	65.53
K3	62.48	66.68	69.6	65.39
R	4.63	2.41	8.92	0.14

F 值 1051.24 225.140 3138.791

以大黄总蒽醌提出量(g)为指标

K1	0.67549	0.9988	0.88284	0.998867
K2	1.08892	0.95829	0.8843	0.926403
K3	1.11376	0.92108	1.11103	0.950885
R	0.43827	0.07772	0.22819	0.072464

F 值 106.316 2.6579 30.263

以补骨脂素与异补骨脂素提出量(g)为指标

K1	0.23168	0.21364	0.20426	0.22220
K2	0.22550	0.21644	0.23362	0.22538
K3	0.20397	0.23107	0.22327	0.21357
R	0.02771	0.01743	0.02936	0.0118

F 值 5.7085 1.2551 5.9919

以淫羊藿苷提出量(g)为指标

K1	0.49476	0.51874	0.49106	0.51750
K2	0.51559	0.53822	0.52543	0.52929
K3	0.54854	0.50193	0.54240	0.51210

R	0.05378	0.03629	0.05134	0.01719
F 值	9.4423	4.2308	8.7692	
以总有效成分提出量(g)为指标				
K1	1.40193	1.73118	1.57816	1.73866
K2	1.83001	1.71295	1.64345	1.68107
K3	1.86637	1.65418	1.87670	1.67858
R	0.46444	0.077	0.29854	0.06008
F 值	57.3935	1.3987	21.2000	

注: $F_{1-0.10}(2,2)=9.00$; $F_{1-0.05}(2,2)=19.0$; $F_{1-0.01}(2,2)=99.0$

2.4 结果

2.4.1 干膏得率 影响因素的主次顺序为 $C > A > B$, 水平优势为 $A_1 > A_2 > A_3$; $B_3 > B_2 > B_1$; $C_3 > C_2 > C_1$ 。方差分析表明: C 因素、A 因素、B 因素均有极显著影响。3 号的干膏得率最高, 但 7 号的总有效成分提出量最高。综合考虑, 7 号最好。

2.4.2 大黄总蒽醌的提出量 影响因素的主次顺序为 $A > C > B$; 水平优势为 $A_3 > A_2 > A_1$; $B_1 > B_2 > B_3$; $C_3 > C_2 > C_1$ 。方差分析表明: A 因素有极显著影响, C 因素有显著影响, B 因素无显著影响。综合结果表明 7 号大黄总蒽醌的提出量最高。

2.4.3 补骨脂素与异补骨脂素提出量 影响因素的主次顺序为 $C > A > B$; 水平优势为 $A_1 > A_2 > A_3$; $B_3 > B_2 > B_1$; $C_2 > C_3 > C_1$ 。方差分析表明: 各因素间无显著差异。2 号提出量最高, 7 号为其 83.39%, 但 7 号其余成分的提出量均高于 2 号。

2.4.4 淫羊藿苷提出量 影响因素主次的顺序为 $A > C > B$; 水平优势为 $A_3 > A_2 > A_1$; $B_2 > B_1 > B_3$; $C_3 > C_2 > C_1$ 。方差分析表明: A 因素影响较显著。B 因素、C 因素影响不显著。综合结果表明 7 号的淫羊藿苷提出量最高。

2.4.5 总有效成分提出量 影响因素主次顺序为 $A > C > B$; 水平优势为 $A_3 > A_2 > A_1$; $B_1 > B_2 > B_3$; $C_3 > C_2 > C_1$ 。方差分析表明: A 因素、C 因素有显著影响。综合结果表明 7 号的总有效成分提出量最高。

综合以上结果, 影响浸提效果的因素主次为 $A > C > B$, A 因素影响最显著, $A_3 > A_2 > A_1$, 因此 A 因素选用 3 水平, 即混合溶剂 A III; C 因素影响显著, $C_3 > C_2 > C_1$, 因此 C 因素选用 3 水平, 即 65℃。B 因素影响较小, 从节能、节时考虑 B 因素选用 2 水平, 即 4 小时。

3 结论

$L_9(3^4)$ 正交试验优化的最佳提取条件为 $A_3C_3B_1$, 即采用药材重量 20 倍的混合溶剂 A III 为溶剂, 于 65℃ 回流提取 2 次, 每次 4 小时。

按最佳提取条件 $A_3C_3B_1$ 重复提取 2 次进行条件验证, 结果总有效成分平均提出量为 0.786 90 (g), 表明新工艺提取效果良好, 工艺条件稳定可行。

“金圣香”中药复方提取物既可用于中药制剂的生产, 也可作为卷烟添加剂, 起到增香、谐香的作用, 同时可以减少烟气对口腔的刺激。

参考文献

- [1] 侯集瑞, 盛吉明, 王秀全, 等. 淫羊藿的研究进展[J]. 吉林农业大学学报, 2004, 25(1): 38.
- [2] 肖崇厚. 中药化学[M]. 上海: 上海科技出版社, 2001: 218.
- [3] 南京中医药大学. 中药大词典(上册, 第二版)[M]. 上海: 上海科技出版社, 2006: 1646.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[Z]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 229, 17, 129.

(收稿日期: 2008-09-27)

《江西中医药》征订启事

《江西中医药》创刊于 1951 年, 是新中国创办最早的中医药杂志, 也是第一批进入中文核心期刊的中国医药类核心期刊, 并被多家知名权威检索期刊及数据库确定为固定信息源。五十多年来, 《江西中医药》发表了数以万计的优秀论文, 一大批中医药学者就是从这里走向成功、走向成名的。21 世纪, 《江西中医药》迎来了更大的发展机遇, 2002 年评为华东地区优秀期刊、江西省优秀期刊, 2004 年评为全国高校优秀期刊。2003 年成功改为月刊, 赢得了更多读者的青睐。本着“面向临床, 面向基层, 坚持传统, 注重实用”的办刊思路, 我们进一步充实内容, 调整栏目, 使文章更具可读性、实用性、信息性, 以满足读者的需要。

《江西中医药》(ISSN 0411-9584, CN 36-1095/R) 为月刊, 国内外公开发行。国内邮发代号为 44-5, 国外代号为 BM1012。每期定价: 4.80 元。