

正交试验设计优选新疆紫草的醇提工艺

董薇薇¹, 柯木灵², 关晶², 张建民^{3*}

(1. 安徽中医学院, 合肥 230031; 2. 北京首儿药厂, 北京 101304; 3. 首都儿科研究所, 北京 100020)

[摘要] 目的: 优选新疆紫草中总萘醌的提取工艺。方法: 采用紫外-可见分光光度法测定吸光度, 以总萘醌提取率为指标, 通过正交试验考察提取时间、溶剂用量、提取温度对总萘醌的提取效率的影响。结果: 影响新疆紫草中总萘醌提取效果的因素顺序为溶剂用量 > 提取温度 > 提取时间。最佳醇提工艺条件为 10 倍量 95% 乙醇提取 2 次, 每次 1 h, 提取温度 55 ℃。结论: 该优选的工艺稳定可行, 为总萘醌的后期开发提供实验依据。

[关键词] 新疆紫草; 正交试验; 提取工艺; 总萘醌

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)04-0048-03

Optimization of Alcohol Extraction Technology of *Arnebia Euchroma* by Orthogonal Design

DONG Wei-wei¹, KE Mu-ling², GUAN Jing², ZHANG Jian-min^{3*}

(1. Anhui University of Traditional Chinese Medicine, Hefei 230031, China;

2. Beijing Shouer Pharmaceutical Factory, Beijing 101304, China;

3. Capital Institute of Pediatrics, Beijing 100020, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize extraction technology of total naphthoquinone from *Arnebia euchroma*. **Method:** Absorbance was determined by UV-visible spectrophotometer, with extraction ratio of total naphthoquinone as index, orthogonal test was used to investigate influence of extraction time, solvent consumption and extraction temperature on extraction efficiency of total naphthoquinone. **Result:** Factors affecting extraction of *A. euchroma* were; solvent consumption > extraction temperature > extraction time. Optimum extraction technology was as follows: extracted 2 times with 10 times the amount of 95% ethanol at 55 ℃, 1 h per time. **Conclusion:** This optimized extraction technology was stable and feasible, it could provide experimental basis for developing of total naphthoquinone.

[Key words] *Arnebia euchroma*; orthogonal test; extraction technology; total naphthoquinone

紫草甘寒, 归心、肝经, 具有清热凉血、活血、解毒透疹的功效^[1], 在《神农本草经》和《本草纲目》中均有记载。紫草作为一种常用中药, 疗效确切, 但由

于目前临床多以紫草复方制剂(紫草油和紫草膏)^[2-6]应用, 剂型单一, 应尝试开发新的剂型^[7]。有研究表明, 新疆紫草中主要有效部位为总萘醌色素^[8], 目前对其提取工艺的研究较多^[9-14]。在此基础上, 本试验以新疆紫草为原料, 对其有效部位总萘醌的醇提工艺进行优选, 以便为后期临床试验提供参考。

1 材料

JA2003 型分析天平(上海天平仪器厂), UV-1601 型紫外分光光度计(SHIMADZU 公司), 新疆紫草购于北京首儿饮片厂, 经北京市药检所中药室鉴定为紫草科植物新疆紫草紫草 *Arnebia euchroma*

[收稿日期] 20111213(825)

[基金项目] 北京市科技型中小企业技术创新资金项目 (Z09010200260939)

[第一作者] 董薇薇, 在读硕士, 从事中药新药研发与中药药理研究, Tel: 010-81474122, E-mail: dweiwei89@163.com

[通讯作者] * 张建民, 副主任药师, 从事医院制剂与新药开发研究, Tel: 010-81472797, E-mail: zjm0515@yahoo.com.cn

(Royle) Johnst 的干燥根,将新疆紫草用粉碎机粉碎成粗粉三号筛,待用。试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 提取率测定 参照 2010 年版《中国药典》一部中紫草含量测定方法。准确吸取 1.00 mL 提取滤液置于 50.00 mL 量瓶中,加 95% 乙醇定容至刻度,用 95% 乙醇作空白对照,于 523.5 nm 波长处测定吸光度。

2.2 提取次数考察 预试验研究表明,新疆紫草提取次数对其有效部位提取率影响较小,综合成本及生产实际考虑,确定提取数为 2 次。

2.3 正交试验优选 在预试验基础上,选取提取时间、提取温度及溶剂用量为考察因素,以吸光度为指标,精密称取 25 g 新疆紫草置于锥形瓶中,精密量取一定体积 95% 乙醇按正交试验设计条件进行浸提,过滤,合并滤液,加 95% 乙醇稀释至 1 L,待测。因素水平见表 1,试验安排及结果见表 2,方差分析见表 3。

表 1 新疆紫草中总萘醌醇提工艺优选正交试验因素水平

水平	A 提取时间/h	B 溶剂用量/倍	C 提取温度/℃
1	1	6	45
2	2	8	55
3	3	10	65

表 2 新疆紫草中总萘醌醇提工艺优选正交试验安排

No.	A	B	C	D	吸光度
1	1	1	1	1	0.249
2	1	2	2	2	0.279
3	1	3	3	3	0.276
4	2	1	2	3	0.263
5	2	2	3	1	0.276
6	2	3	1	2	0.267
7	3	1	3	2	0.245
8	3	2	1	3	0.263
9	3	3	2	1	0.286
K_1	0.268	0.252	0.260	0.270	
K_2	0.269	0.273	0.276	0.264	
K_3	0.265	0.276	0.266	0.267	
R	0.004	0.024	0.016	0.006	

由表 2 可知,各因素对总萘醌提取率的影响顺序为 $B > C > A$,即溶剂用量 > 提取温度 > 提取时间。方差分析表明,溶剂用量、提取温度及提取时间

表 3 方差分析

方差来源	SS	f	F	P
A	2.8×10^{-5}	2	0.41	>0.05
B	1.0×10^{-3}	2	14.99	>0.05
C	4.1×10^{-4}	2	6.12	>0.05
D(误差)	6.7×10^{-5}	2		

注: $F_{0.05}(2,2) = 19.00$ 。

对试验结果均无显著性影响,结合生产效率和成本考虑,确定最佳提取工艺为 $A_1B_3C_2$,即溶剂用量 10 倍,提取温度 55 ℃,提取时间 1 h。

2.4 验证试验 称取新疆紫草 25 g,按最佳工艺条件进行 3 批重复试验,分别测定其吸光度,结果平均吸光度 0.287, RSD 1.47%,说明优选的醇提工艺稳定可行。

3 讨论

新疆紫草于 65 ℃ 提取时,其吸光度会明显降低,说明温度对紫草有效成分的影响较大,可能温度 > 65 ℃ 时部分成分会被破坏,故在生产或试验过程中,应尽量避免使用较高温度提取。

总萘醌色素可溶于石油醚、乙醇等有机溶剂。在选用有机溶剂时,优先考虑有机溶剂的环保问题,确定选用乙醇作为提取溶媒。同时预试验中发现总萘醌提取率与乙醇体积分数成正比,故最终确定采用 95% 乙醇。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 320.
- [2] 沈静, 魏翠兰. 紫草油治疗新生儿红臀 189 例疗效观察及护理体会[J]. 中国实用乡村医生杂志, 2008, 15(7): 27.
- [3] 王睿芝, 王国军. 紫草油治疗新生儿尿布皮炎 35 例疗效观察[J]. 中国健康月刊, 2010, 29(11): 63.
- [4] 陈彩霞, 王凤轩. 紫草生肌膏治疗慢性皮肤溃疡 40 例[J]. 中医外治杂志, 2010, 20(6): 47.
- [5] 朱力. 紫草油治疗皮肤瘙痒症 104 例[J]. 吉林中医药, 2008, 28(12): 899.
- [6] 苏玉珂. 紫草软膏处方筛选及其体外渗透性[J]. 中国实验方剂学杂志, 2001, 17(21): 36.
- [7] 李娜, 买尔丹, 马合木提. 新疆紫草提取物凝胶剂的制备及质量考察[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(1): 14.
- [8] 刘虹, 陈海生. 新疆紫草化学成分与药理作用的研究进展[J]. 药学实践杂志, 2009, 27(3): 161

正交试验法优选赶黄草的提取工艺

项慧慧¹, 杨洁红^{1*}, 傅旭春², 张宇燕¹, 万海同¹

(1. 浙江中医药大学, 杭州 310053; 2. 浙江大学城市学院, 杭州 310015)

[摘要] 目的: 优选赶黄草的提取工艺。方法: 以槲皮苷提取量为指标, 采用正交试验考察乙醇用量、提取时间、提取次数和乙醇体积分数对提取工艺的影响。HPLC 测定槲皮苷含量。结果: 提取次数对赶黄草提取工艺的影响最大, 最佳提取工艺为加 10 倍量 80% 乙醇提取 2 次, 每次 0.5 h。结论: 优选的提取工艺稳定可行。

[关键词] 赶黄草; 槲皮苷; 提取工艺; 正交设计

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)04-0050-03

Optimization of Extraction Technology of *Penthorum chinense* by Orthogonal Test

XIANG Hui-hui¹, YANG Jie-hong^{1*}, FU Xu-chun², ZHANG Yu-yan¹, WAN Hai-tong¹

(1. Zhejiang Chinese Medical University, Hangzhou 310053, China;

2. Zhejiang University City College, Hangzhou 310015, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize extraction technology of *Penthorum chinense*. **Method:** With extraction amount of quercitrin as index, influence of ethanol amount, extraction time, extraction times and ethanol concentration on extraction technology was investigated by orthogonal test. The content of quercitrin was determined by HPLC. **Result:** Extration times had significant effect on extraction technology of *P. chinense*, optimum extraction technology was as following: extracted 2 times with 10 times the amount of 80% ethanol, 0.5 h per time. **Conclusion:** This optimized extraction process was stable and feasible.

[Key words] *Penthorum chinense*; quercitrin; extraction technology; orthogonal design

赶黄草分布于海拔约 1 000 m 的乌蒙山麓原始森林, 是四川古蔺的道地药材^[1-3]。其全草性平, 味苦, 微辛, 无毒, 具有清热解毒、退黄化湿、活血散瘀、

利水消肿之功效, 临床广泛用于治疗黄疸、水肿、经闭、血崩、带下、跌打损伤, 以及各型肝炎、胆囊炎、脂肪肝等症^[4]。文献报道赶黄草中黄酮类化合物具

[收稿日期] 20120928(005)

[基金项目] 浙江省科技计划基金项目(2011C23100); 浙江省自然科学基金项目(Z2101201, LR12H27001); 浙江省中医药重点学科建设计划(2012-XK-A06)

[第一作者] 项慧慧, 在读硕士, 从事方剂配伍研究, E-mail: xhh5767@126.com

[通讯作者] * 杨洁红, 教授, 博士生导师, 从事方剂配伍研究, E-mail: yjhong@zjtem.net

[9] 朱斌, 陈晓光, 徐友辉. 用四川紫草提取紫草素的工艺优化研究[J]. 时珍国医国药, 2010, 21(3): 642.

[10] 于黎鑫, 刘军锋, 刘珂. 新疆紫草羟基萘醌有效部位制备工艺研究[J]. 中国中医药信息杂志, 2010, 17(9): 54.

[11] 吴学渊, 刘萍. 正交试验设计优选紫草的醇提工艺[J]. 中国医院用药评价与分析, 2008, 8(10): 750.

[12] 白研, 宋粉云, 毋福海, 等. 正交试验优选紫草提取工艺[J]. 中药新药与临床药理, 2006, 17(4): 288.

[13] 王阳, 朱燕霞, 孙殿甲, 等. 均匀设计研究紫草的提取工艺[J]. 西北药学杂志, 2003, 18(4): 157.

[14] 杨秀芳. 紫草提取工艺的优化[J]. 陕西科技大学学报, 2004, 22(4): 35.

[责任编辑 全燕]