

鲜地黄的闪式提取工艺优选

张庆岭*

(焦作卫生医药学校, 河南 焦作 454001)

[摘要] 目的: 优选鲜地黄的闪式提取工艺。方法: 以梓醇及干膏得量为评价指标, 选取提取时间、提取次数及溶剂用量为考察因素, 通过单因素试验及正交试验优选闪式提取工艺。采用 RP-HPLC 测定指标成分含量。结果: 最佳闪式提取工艺为加 3 倍量 95% 乙醇提取 1 次, 提取时间 3 min。结论: 优选的工艺快速、合理。

[关键词] 鲜地黄; 闪式提取; 正交试验; 梓醇; 干膏得量

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)01-0062-02

Optimization of Flash Extraction Technology for Fresh *Rehmannia glutinosa*

ZHANG Qing-ling*

(Jiaozuo Medical and Health School, Jiaozuo 454001, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize flash extraction technology of fresh *Rehmannia glutinosa*. **Method:** With catalpol and yield of dry extract as indexes, extraction time, extraction times and solvent consumption were chosen as factors, flash extraction technology of fresh *R. glutinosa* was optimized by orthogonal test and single factor test. The content of indicator ingredients was determined by HPLC. **Result:** Optimum flash extraction process was: extracted 1 times with 3 times the amount of 95% ethanol, extraction time of 3 minutes. **Conclusion:** This optimized process was fast, scientific and reasonable.

[Key words] fresh *Rehmannia glutinosa*; flash extraction; orthogonal test; catalpol; yield of dry extract

鲜地黄一般于秋季采挖, 除去芦头、须根及泥沙, 鲜用^[1], 具有清热生津之功效, 用于治疗热病伤阴、舌绛烦渴、发斑发疹、吐血、咽喉肿痛^[3]。其主要化学成分为环烯醚萜及其苷类, 代表化合物为梓醇。目前鲜地黄的提取多采用传统的加热回流提取及浸提法, 对梓醇的稳定性有一定影响^[4]。闪式提取法(又名组织破碎提取法)是通过闪式提取器对鲜地黄在乙醇中组织破碎而达到提取目的的方法, 具有提取快速、效率高、节省能源等优势。本试验采用单因素试验考察提取溶媒, 通过正交试验优选鲜地黄的闪式提取工艺。

1 材料

鲜地黄产于河南焦作温县番田镇番田村, 经我

校副教授张德胜鉴定为玄参科植物地黄 *Rehmannia glutinosa* 的新鲜根茎。JHBE-50A 型闪式提取器、JFC-160 型闪式蒸发器(郑州众德实业有限公司), DQ-101B 型方形调节式中药切片机(温岭市大德中药机械有限公司), KQ-500DV 型托盘天平(江苏常熟衡器厂), Prominence LC-20A 型高效液相色谱仪(日本岛津), 梓醇对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 110808-200908), 乙腈为色谱纯, 水为自制纯化水, 其他试剂均为分析纯。

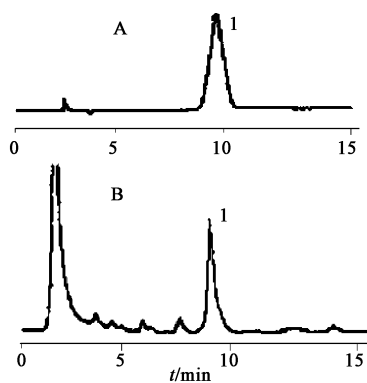
2 方法与结果

2.1 梓醇含量测定^[5] 采用 HPLC 外标一点法测定。色谱条件为 Hypersil C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相水-乙腈(99:1), 检测波长 210 nm, 柱温为室温, 流量 1 mL·min⁻¹, 进样量 5 μL。见图 1。线性回归方程 $Y = 643.156X + 6.623.29$ ($r = 0.9998$), 线性范围 0.208 ~ 1.04 g·L⁻¹。

2.2 干膏得量的测定 精密吸取供试品溶液 50 mL, 置于干燥至恒重的蒸发皿中, 水浴蒸干, 置 105

[收稿日期] 20120723(016)

[通讯作者] * 张庆岭, 硕士, 主管中药师, 从事教学、中药质量与开发研究, Tel: 15333917882, E-mail: zhangqingling000@sohu.com



A. 对照品; B. 供试品; 1. 梓醇

图1 鲜地黄 HPLC

℃干燥箱干燥至恒重,放置玻璃干燥器内冷却 0.5 h,迅速称定质量,即得。

2.3 提取溶媒的选择 取鲜地黄 250 g,洗净,晾干(去除表面水分),切碎,分成 8 份,每份 30 g,置于 200 mL 锥形瓶中,分别加水、50% 乙醇、95% 乙醇、无水乙醇、丙酮、乙醚、乙酸乙酯、三氯甲烷各 100 mL,置于闪式提取器中,提取 3 min,过滤,滤液用闪式蒸发器浓缩,倒入已烘干且精密称定的小蒸发皿中,真空干燥,精密称定质量,测得提取液中梓醇含量分别为 0.252, 0.402, 0.439, 0.450, 0.381, 0.392, 0.301, 0.358 g; 干膏得量依次为 2.252, 2.312, 2.102, 2.780, 1.583, 1.879, 2.001, 1.788 g。结果无水乙醇提取中各成分含量最高,但结合生产实际,最终确定 95% 乙醇为提取溶媒。

2.4 正交设计优选 在单因素试验基础上,以梓醇含量及干膏得量为指标,选取溶剂用量、闪提时间、提取次数为考察因素,称取 9 份已切好的鲜地黄,每份 20 g,按 $L_9(3^4)$ 正交试表进行试验设计,以确定鲜地黄的闪式提取条件。因素水平见表 1,试验安排及结果见表 2,方差分析见表 3,4。

表1 鲜地黄的闪式提取工艺优选正交试验因素水平

水平	A 溶剂 用量/倍	B 闪提 时间/min	C 提取数 /次
1	3	1	1
1	6	2	2
3	9	3	3

注:鲜地黄水分含量 40~60%,质脆易折断,提取时间较短。

由表 2 可知,从梓醇质量分数考察,因素 B 的极差最大,对提取工艺有显著影响,A,C 因素均无显著性差异。参考干膏得率结果,确定最佳提取工艺为 $A_1B_3C_1$,即溶剂用量加 3 倍量乙醇提取 3 min,1 次。

表2 鲜地黄的闪式提取工艺优选正交试验安排

No.	A	B	C	D	梓醇质量分数 /mg·g ⁻¹	干膏得率 /mg·g ⁻¹
1	1	1	1	1	1.717	6.33
2	1	2	2	2	1.731	6.56
3	1	3	3	3	1.982	7.03
4	2	1	2	3	1.028	5.93
5	2	2	3	1	1.115	5.92
6	2	3	1	2	1.915	7.23
7	3	1	3	2	0.861	4.98
8	3	2	1	3	1.227	6.03
9	3	3	2	1	1.837	6.23
梓醇质量分数						
K_1	1.810	1.201	1.620	1.556		
K_2	1.353	1.358	1.532	1.502		
K_3	1.308	1.912	1.319	1.412		
R	0.502	0.710	0.301	0.144		

表3 梓醇质量分数方差分析

方差来源	SS	f	F	P
A	1.253	2	28.477	
B	1.788	2	40.636	<0.05
C	0.460	2	10.455	
D(误差)	0.04	2		

注: $F_{0.05}(2,2) = 19.00$ 。

3 讨论

目前市场上常用的地黄为生地、熟地。极少用鲜地黄,因为其含水量较大,不易保存和保鲜,以至于其药用价值得不到有效的应用。本试验通过用闪式提取器能够迅速提取鲜地黄中的有效成分,以便其更好地服务于临床制药与用药。与传统提取法相比闪式提取具有提取时间短的优点,闪式提取鲜地黄中有效成分效率高,不足之处为该提取工艺操作简单,机械化程度高,由于受提取容器大小动力的额定功率及破碎刀具臂长的影响,目前市场上闪式提取器的单次提取量受一定限制,故目前尚仅限于实验室研究应用^[2]。

[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,2010:278.
- [2] 刘延泽. 植物组织破碎提取法及闪式提取器的创制与实践[J]. 中国天然药物,2007,5(6):401.
- [3] 刘卫欣,杜海涛,吴祖泽,等. 鲜地黄提取物中总环烯醚萜类含量测定[J]. 天然产物研究与开发,2009,21(B10):408.
- [4] 郭建华,田成旺,张铁军,等. 鲜地黄中梓醇及水苏糖的闪式提取工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(11):13.
- [5] 吕杨,王慧森,李更生,等. 正交试验优选鲜地黄提取工艺[J]. 中医研究,2009,22(2):18.

[责任编辑 全燕]