

正交试验法优选山楂袋泡茶的水提取工艺

殷钢¹, 吴健^{2*}

(1. 江苏省省级机关医院, 南京 210024; 2. 南京农业大学园艺学院中药系, 南京 210095)

[摘要] **目的:** 优选山楂袋泡茶浸泡工艺。**方法:** 以山楂总黄酮质量浓度为指标, 采用紫外分光光度法测定山楂总黄酮含量, 通过正交试验考察液料比、浸提时间、浸提温度和粉碎度对山楂袋泡茶浸泡工艺的影响。**结果:** 各因素对浸泡工艺的影响顺序为浸提温度 > 山楂粉碎度 > 浸提时间 > 液料比。最佳浸泡工艺为液料比 300 mL·g⁻¹, 浸提温度 95 °C, 浸提时间 10 min, 粉碎度 60 目, 总黄酮得率达 9.36 g·L⁻¹。**结论:** 优选的浸泡工艺稳定可行, 可用于山楂袋泡茶的服用。

[关键词] 正交试验; 水浸泡; 山楂总黄酮

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)01-0056-03

Optimization of Water Extraction Technology for Total Flavonoids from *Crataegus pinnatifida*

YIN Gang¹, WU Jian^{2*}

(1. Jiangsu Province Official Hospital, Nanjing 210024, China;

2. Department of Traditional Chinese Medicine, College of Horticulture, Nanjing Agricultural University, Nanjing 210095, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize water extraction technology of total flavones from *Crataegus pinnatifida*. **Method:** Taking yield of total flavonoids as index, the content of total flavonoids was determined by UV, orthogonal test method was used to optimize ultrasonic extraction technology of total flavonoids with extraction time, ratio of solid-liquid, extraction temperature and powder size as factors. **Result:** Influence sequence of 4 factors on soaking technology was: extraction temperature > powder size > extraction time > ratio of solid-liquid, optimum extraction technology was as following: extraction temperature 95 °C, ratio of solid-liquid 1: 300, extraction time 10 min, grinding degree 60 mesh, average yield of total flavonoids could be up to 9.36 g·L⁻¹. **Conclusion:** Optimized water extraction condition was stable and feasible, it could be used for taking of *C. pinnatifida* teabag.

[Key words] orthogonal test; soaking with water; total flavones from *Crataegus pinnatifida*

山楂被广泛用于食品保健品领域, 其主要有效成分为黄酮类化合物。目前关于总黄酮的提取工艺较多, 多以乙醇为溶剂^[1-2]。近来许多山楂保健产品采用水直接浸泡的服用方法, 但其浸泡工艺的研

究较少。本试验通过正交试验优选山楂原粉的浸泡工艺。山楂中的黄酮类成分, 以包括芦丁在内的 3', 4-黄酮醇为主, 故选择芦丁为对照品测定总黄酮含量。

1 材料

756CRT 型紫外分光光度计(上海精密科学仪器有限公司), 芦丁(批号 0080-9705, 江苏省药检所), 试剂均为分析纯。

山楂购自南京同仁堂乐家老铺药事服务有限公司(批号 120709), 经省级机关医院中药房郭跃龙副主任药师鉴定为山楂 *Crataegus pinnatifida* Bge. 干燥

[收稿日期] 20120818(003)

[第一作者] 殷钢, 本科, 从事中药质量分析与药事管理研究, Tel: 13611503486, E-mail: yingang@sina.com

[通讯作者] * 吴健, 硕士, 从事中药栽培加工与质量分析研究, Tel: 025-4395150, E-mail: wujian71@njau.edu.cn

成熟果实。自行粉碎,过手摇套筛后备用。

2 方法与结果

2.1 线性关系考查 精密称取芦丁对照品 10 mg,置 50 mL 量瓶中,加 60% 乙醇溶解并稀释到刻度。精密取配制好的芦丁对照品溶液 0.1, 0.3, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 mL 分别置于 10 mL 量瓶中,加 5% 亚硝酸钠 0.3 mL,放置 6 min,加入 10% 硝酸铝溶液 0.3 mL,放置 6 min,加入 4% 氢氧化钠溶液 2 mL,加水至刻度,摇匀,放置 15 min,以空白为参比液,于 510 nm 波长处测定吸光度(A)^[8-10],得回归方程 $A = 14.491C - 0.0069$ ($r = 0.9994$),线性范围 2~40 g·L⁻¹。

2.2 浸泡工艺优选 选择液料比、浸提时间、浸提温度和粉碎度为考察因素,以总黄酮质量浓度为指标,按 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验。称取粉碎后的山楂样品 1 g,置于锥形瓶中,加水提取,提取过程中锥形瓶于水浴锅中保持温度恒定,并不断搅拌,浸取完成后立即过滤,滤液自然冷却至室温作为样品溶液。分别精密吸取样品溶液 2 mL,置于 10 mL 量瓶中,按 2.1 项下方法显色,随行空白对照。因素水平表见表 1,试验安排及结果见表 2,方差分析见表 3。

表 1 山楂袋泡茶的水提取工艺正交试验因素水平

	A	B	C	D
水平	液料比 /mL·g ⁻¹	浸提温度 /°C	浸提时间 /min	粉碎度 /目
1	200	95	5	40
2	250	85	10	60
3	300	75	15	80

表 2 山楂袋泡茶的水提取工艺正交试验安排

No.	A	B	C	D	总黄酮质量 浓度/g·L ⁻¹
1	1	1	1	1	7.18
2	1	2	2	2	6.31
3	1	3	3	3	5.09
4	2	1	2	3	7.81
5	2	2	3	1	2.79
6	2	3	1	2	6.91
7	3	1	3	2	9.36
8	3	2	1	3	3.68
9	3	3	2	1	6.04
K_1	6.193	8.117	5.983	5.337	
K_2	5.837	4.320	6.720	7.527	
K_3	6.420	6.013	5.747	5.587	
R	0.583	3.797	0.973	7.190	

由表 2 可知,各因素对总黄酮浸出的影响顺序为 $B > D > C > A$ 。以极值最小的 A 因素为误差项进

表 3 浸泡工艺方差分析

方差来源	SS	f	F	P
A(误差)	0.519	2	1.000	
B	21.706	2	41.823	<0.05
C	1.546	2	2.979	>0.05
D	8.622	2	16.613	>0.05

注: $F_{0.05}(2,2) = 19.00$ 。

行方差分析,结果 B 因素有显著影响,其他因素均无显著影响,确定最佳浸泡工艺为 $A_3B_1C_2D_2$,即液料比 300 mL·g⁻¹,浸提温度 95 °C,浸提时间 10 min,粉碎度 60 目。

3 讨论

本试验中 95 °C 时浸提效率最高,从 75~95 °C 过程中,总黄酮的浸提率呈先降低再升高的趋势。祝世发等^[1]研究发现浸提过程中溶出的蛋白质等成分对黄酮类物质有助溶作用,且呈正相关。

在水提取过程中,总黄酮的得率和以下几种因素随温度的动态变化有关:大分子物质(多糖蛋白质)的助溶;总黄酮的溶解度;总黄酮的稳定性。

由此推测,75 °C 下虽然黄酮类化合物此时溶解度不高,但大分子物质助溶效应占主要地位,因此浸出率较高;85 °C 下因蛋白质变性,对总黄酮浸出的助溶作用下降大于总黄酮的溶解度上升,导致浸出率下降;95 °C 下总黄酮溶解度增加的影响大于蛋白质变性所造成助溶效率下降。因此整体上表现为,75,85,95 °C 条件下,总黄酮的提取率,呈现 V 字型波动。由于 95 °C 下浸出液总黄酮含量高于 75 °C 时,提示此时温度对浸出的促进作用,可能超过蛋白质等成分的增溶作用。此结论也与其他学者^[2,4-5],在多种药材的总黄酮提取工艺实验研究有吻合。但最佳的温度,常因药材质地不同而有差异^[8]。

在总黄酮成分的乙醇提取过程中,大分子物质不能被提取,总黄酮浸出率的与其溶解度和稳定性有关,常呈现 n 字型的波动^[4,6-7]。

[参考文献]

- [1] 祝世发,王晋,赵文斌,等. 正交实验优选山楂籽中总黄酮的提取工艺[J]. 四川中医,2007,25(5):36.
- [2] 赖红芳,韦瑞松,黄秀香 金樱根总黄酮提取工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(3):13.
- [3] 熊蔚蔚,徐铭键,刘健等 毛樱桃总黄酮超声提取工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(15):29.
- [4] 张建华,徐晓玉,冯彬彬 野菊花超声辅助提取工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(13):21.

艾可胶囊的澄清工艺优选

黄燕*, 沈小苹, 潘旭东

(福建中医药大学附属人民医院, 福州 350004)

[摘要] **目的:** 优选壳聚糖用于澄清艾可胶囊提取液的工艺。**方法:** 以芍药苷、柴胡皂苷 a 的含量和浸膏得率为综合评价指标, 选择药液比、壳聚糖加入量、搅拌温度、搅拌时间为考察因素, 采用正交试验优选艾可胶囊的澄清工艺。**结果:** 艾可胶囊提取液的最佳澄清工艺为药液比 1:5, 搅拌时间 10 min, 温度 60 ℃, 每 100 mL 药液加入壳聚糖 14 mL。**结论:** 优选的工艺芍药苷、柴胡皂苷 a 的提取率高、稳定性好、成本低, 适合于艾可胶囊的临床开发。

[关键词] 壳聚糖; 芍药苷; 柴胡皂苷 a; 精制工艺

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)01-0058-04

Optimization of Clarification Process for Aike Capsule

HUANG Yan*, SHEN Xiao-ping, PAN Xu-dong

(Affiliated People's Hospital of Fujian University of Traditional Chinese Medicine, Fuzhou 350004, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize clarification process for extract of Aike capsule by chitosan. **Method:** With the content of paeoniflorin, saikosaponin-a and extract yield as comprehensive evaluation index, solid-liquid ratio, the amount of chitosan, stirring temperature and stirring time were selected as factors, orthogonal test was carried out to optimize clarification process of Aike capsule. **Result:** Optimum clarification process of Aike capsule extract was: solid-liquid ratio 1:5, stirring time 10 min at 60 ℃, added chitosan 14 mL per 100 mL extraction solution. **Conclusion:** This optimized process had advantages of good stability, low cost and high extraction rate of paeoniflorin and saikosaponin-a, it was suitable for clinical development of Aike capsule.

[Key words] chitosan; paeoniflorin; saikosapoin-a; refining process

艾可合剂是福建中医药大学附属人民医院院内制剂(批准文号闽药制字 206106045), 由白芍、柴胡、枳壳、乌药等 6 味药材组成, 具有疏肝理气、柔肝止痛等功效, 临床用于治疗慢性前列腺炎, 疗效良好^[1]。该制剂的生产工艺较简单、口味不佳、病人依从性差。本试验拟将合剂改为胶囊剂, 以壳聚糖

为澄清剂, 采用正交试验, 以芍药苷、柴胡皂苷 a 的含量和浸膏得率为指标, 优选艾可胶囊提取液的澄清工艺, 为工业生产提供参考。

1 材料

80-2 型离心沉淀器(上海手术器械厂), CPA-225D 型电子分析天平(赛多利斯科学仪器有限公

[收稿日期] 20120726(006)

[通讯作者] * 黄燕, 学士, 主管药师, 从事中药制剂与药品检验研究, Tel: 13859056159, E-mail: huangyanxp@163.com

[5] 赵文红, 赵翊, 白卫东, 等. 柿叶黄酮化合物提取工艺研究[J]. 陕西科技大学学报 2007, 25(5): 54.

[6] 王汉卿, 王文苹, 闫津金, 等. 超声提取枸杞叶中总黄酮提取工艺及其不同采收期含量变化研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(8): 44.

[7] 倪帆呈, 刘增辉, 于楠楠, 等. 超声波辅助提取槐角总

黄酮的工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(17): 23.

[8] 梅林, 梅兰, 李随丽. 正交试验法优化金银花中绿原酸的水提工艺[J]. 中国药业, 2007, 16(6): 42

[责任编辑 全燕]