

复方红景天颗粒提取工艺优选

易延逵^{1,2*}, 蔡光先², 申传璞¹

(1. 南方医科大学, 广州 510515; 2. 湖南中医药大学, 长沙 410006)

[摘要] 目的: 优选复方红景天颗粒的提取工艺。方法: 采用比较试验法和正交试验法, 对复方红景天颗粒主要成分的水提取工艺进行优选, 以 HPLC 测定红景天苷提取量及浸膏得率为考察指标, 对提取次数、浸泡时间、加水量、提取时间等因素进行优选。结果: 最佳提取工艺为浸泡 0.5 h 后, 提取 2 次, 第 1 次加 10 倍量水提取 2 h, 第 2 次 8 倍量水提取 1 h。结论: 复方红景天颗粒的水提取工艺合理、简单易行。

[关键词] 复方红景天颗粒; 提取工艺; 红景天苷; 正交试验

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)06-0054-03

Optimization of Extraction Technology for Compound Hongjingtian Grain

YI Yan-kui^{1,2*}, CAI Guang-xian², SHEN Chuan-pu¹

(1. Southern Medical University, Guangzhou 510515, China;

2. Hunan University of Traditional Chinese Medicine, Changsha 410006, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize extraction technology of compound Hongjingtian grain. **Method:** Water extraction technology for main component of compound Hongjingtian grain was optimized by contrast test method and orthogonal test method. Took yield of extract and extraction yield of salidroside as indexes to optimize extraction times, soaking time, water volume, extraction time and other factors. **Result:** Optimum extraction technology was soaked 0.5 h, extracted 2 times, first time extracted 2 hours with 10 times the amount of water, second time extracted 1 h with 8 times the amount of water. **Conclusion:** This experiment provided basis for water extraction technology of compound Hongjingtian grain, and this technology was reasonable and simple.

[Key words] compound Hongjingtian grain; extraction technology; salidroside; orthogonal test

复方红景天颗粒来源于蔡光先教授的经验方, 主要由红景天、枸杞、绞股蓝、黄芪等组成, 功能益气活血、益精补肾, 用于治疗气虚血瘀、虚劳精亏、腰膝酸痛。红景天为本品处方中君药, 系草本或亚灌木植物, 主要分布在喜马拉雅山区、亚洲西北部和北美洲, 生长在海拔 1 600 ~ 4 000 m 的高寒、干燥、缺氧、强紫外线照射、昼夜温差大的地区, 具有极强的环境适应能力和生命力, 其主要的活性成分为红景天苷和酪醇^[1-2]。红景天提取工艺研究较多, 但比较经济的工艺依然为水提工艺^[3-5]。枸杞等水提物与本品功能主治密切相关, 故拟对本方进行水提取工艺

研究。

1 材料

1100 型高效液相色谱仪 (美国 Agilent), Kromasil C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 红景天、枸杞等药材购自广州药材公司, 经湖南中医药研究院中药鉴定室向阳助理研究员鉴定为正品; 红景天苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 110810-200405), 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 煎煮次数考察 按处方称取红景天、枸杞等药材饮片 100 g, 以加 10 倍量水, 煎煮 3 次, 每次 1.5 h, 煎煮液过滤, 浓缩, 定容至 500 mL, 用于测定浸膏得率、红景天苷提取量。进行 3 次平行试验。

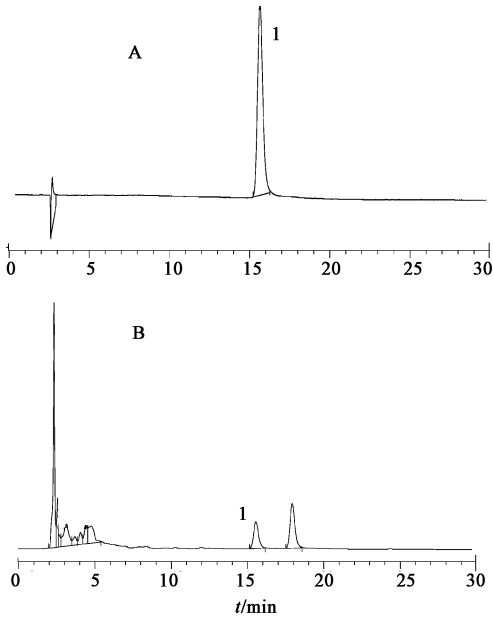
2.1.1 浸膏得率的测定 取 25 mL 已定容的水煎煮液至已干燥至恒重的蒸发皿中, 水浴蒸干, 105 ℃

[收稿日期] 20111009(001)

[通讯作者] * 易延逵, 博士, 讲师, 从事药物新剂型、新技术的研究, Tel: 020-61648263, E-mail: dareyyk@sina.com

干燥 3 h,放冷至室温称重。提取 1,2,3 次浸膏得率分别为 20.45%,6.20%,2.54%。结果表明,第 3 次煎煮浸膏得率占总浸膏得率的比例 <10.0%。

2.1.2 红景天苷提取量的测定^[6-10] 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,流动相甲醇-水(15:85),检测波长 275 nm,理论板数按红景天苷峰计算不低于 2 000。见图 1。



A. 对照品;B. 样品;1. 红景天苷

图 1 红景天 HPLC

精取红景天苷对照品 5 mg,置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得对照品溶液(每 mL 中含红景天苷 0.5 mg)。

取样品液 2 mL,加甲醇 8 mL,振摇,0.45 μm 微孔滤膜滤过,作为供试品溶液。

按《中国药典》2010 年版一部附录 VID 高效液相色谱法进行试验,吸取供试品溶液与对照品液适量,注入液相色谱仪,测定。结果红景天苷的平均提取量分别为 0.174 0,0.127 6,0.031 8 mg·g⁻¹。第 3 次提取红景天苷占提取总量的比例 <10.0%,说明煎煮 2 次已基本提取完全。

2.2 水提工艺优选 以浸膏得率、红景天苷提取量为考查指标,采用正交试验对水提条件进行优选,根据各药味的性质,设计因素水平见表 1。采用 L₉(3⁴)正交表安排试验,按处方称取红景天、枸杞等药材 100 g,分别加水煎煮,过滤,合并滤液,定容至一定体积。分别测定浸膏得率、红景天苷含量,计算红景天苷提取量,结果见表 2~4。

表 1 红景天水提取工艺正交试验因素水平

水平	A 加水量/倍	B 浸泡时间/h	C 煎煮时间/h
1	12,10	0	3.0,1.5
2	10,8	0.5	2.0,1.0
3	8,6	1.0	1.0,0.5

表 2 红景天水提取工艺正交试验安排

No.	A	B	C	D	浸膏得率/%	红景天苷提取量/(mg·g ⁻¹) ¹⁾
1	1	1	1	1	28.35	0.333 0
2	1	2	2	2	27.86	0.322 9
3	1	3	3	3	28.16	0.330 8
4	2	1	2	3	26.43	0.325 8
5	2	2	3	1	25.95	0.325 8
6	2	3	1	2	24.03	0.381 8
7	3	1	3	2	20.61	0.247 5
8	3	2	1	3	24.67	0.307 2
9	3	3	2	1	25.19	0.290 4
浸膏得量	K ₁	84.37	75.39	77.05	79.47	
	K ₂	76.41	77.48	78.96	72.50	
	K ₃	70.47	77.38	79.30	79.26	
	R	13.90	2.09	2.25	6.97	
红景天苷提取量	K ₁	0.986 7	0.906 3	1.002 0	0.949 2	
	K ₂	1.033 4	0.955 9	0.939 1	0.952 2	
	K ₃	0.845 1	1.003 0	0.904 1	0.963 8	
	R	0.188 3	0.096 7	0.117 9	0.014 6	

注:¹⁾均换算为 1 g 红景天药材所提取红景天苷的量(mg)。

表 3 浸膏得率方差分析

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	31.974 7	2	15.987 35	190.30	<0.01
B	3.799 5	2	1.899 75	22.61	<0.05
C	13.542 0	2	6.771 0	80.60	<0.05
D(误差)	0.168 0	2	0.084 0		

注:¹⁾F_{0.05}(2,2)=19.00;F_{0.01}(2,2)=99.00(表 5 同)。

表 4 红景天苷提取量方差分析

方差来源	SS	r	MS	F	P
A	6.409 8 × 10 ⁻³	2	3.204 9 × 10 ⁻³	161.72	<0.01
B	1.558 8 × 10 ⁻³	2	0.779 4 × 10 ⁻³	39.33	<0.05
C	2.444 2 × 10 ⁻³	2	1.222 1 × 10 ⁻³	61.67	<0.05
D(误差)	3.963 6 × 10 ⁻⁵	2	1.981 8 × 10 ⁻⁵		

由以浸膏得率为考核指标结果可知,各因素作用主次为 A > C > B,其中 B,C 因素影响均具有显著

性意义, A 因素的影响具有极显著性意义, 确定 $A_1B_3C_1$ 为最佳; 由红景天苷提取量为考察指标结果可知, 各因素作用主次为 $A > C > B$, 其中 B、C 因素的影响均具有显著性意义, A 因素的影响具有极显著性意义, 以 $A_2B_3C_1$ 为佳; 综合考虑, 最终确定最佳水提取工艺为 $A_2B_2C_2$, 即先加水浸泡 0.5 h, 再加水煎煮 2 次, 第 1 次加 12 倍量水, 煎煮 2.0 h, 第 2 次加 10 倍量水, 煎煮 1.0 h。

2.3 验证试验 按处方称取红景天、枸杞等药材 100 g, 共 3 份, 分别按优选工艺进行提取。结果浸膏得率分别为 27.88%, 28.00%, 26.97%; 红景天苷提取量分别为 0.377 6, 0.427 5, 0.375 0 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, 说明工艺基本合理。

3 讨论

复方红景天颗粒中, 红景天中最能体现其特征的成分是红景天苷, 《中国药典》2010 年版规定红景天苷为红景天药材质量控制指标成分^[11]。水提取法为红景天提取的传统方法, 该方法具有工艺简单、投资少、生产成本较低等优点。红景天苷不耐热, 浓缩过程中需采用水浴加热浓缩, 切不可直接在电炉上加热。

红景天苷在 233, 275 nm 处都有较强的吸收峰, 233 nm 处的吸收强度是 275 nm 处的 3~4 倍^[12], 但可能在 233 nm 处会有末端吸收, 故试验选用 275 nm 处检测。

[参考文献]

[1] 徐宝军, 李向高. 红景天属植物研究新进展[J]. 中药

材, 2000, 23(9): 580.

- [2] 季宇彬, 耿欣, 汲晨锋. 红景天研究进展[J]. 天津中医药, 2007, 24(1): 81.
- [3] 刘莱, 王东凯, 顾艳丽. 红景天提取工艺的优化[J]. 时珍国医国药, 2004, 15(4): 221.
- [4] 吴少雄, 郭祀远, 李琳. 超声波法提取大花红景天有效成分的工艺研究[J]. 食品科技, 2006(1): 46.
- [5] 赵武奇, 殷涌光, 梁歧, 等. 微波辅助提取红景天苷[J]. 食品与发酵工业, 2004, 30(2): 19.
- [6] 王洋, 于涛, 阎秀峰. 红景天属植物根中红景天苷及其苷元酪醇含量的 HPLC 分析[J]. 林产化学与工业, 2006, 26(3): 51.
- [7] 文君, 缪红, 王鲜俊, 彭喜雨. HPLC 法测保健品中红景天苷[J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 17(2): 261.
- [8] 杨晓艳, 芦启琴, 沈建伟, 等. HPLC 法测定红景天饮料中红景天苷的含量[J]. 天然产物研究与开发, 2009, 21(5): 138.
- [9] 李青, 宋志前, 王超, 等. 青海产红景天中红景天苷及酪醇含量分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(15): 110.
- [10] 邱远金, 丁旭, 谭勇, 等. 蔷薇红景天中红景天苷含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(13): 97.
- [11] 中国药典. 一部[S]. 2005: 199.
- [12] 夏海涛, 刘玉芬, 李咏梅. 高效液相色谱法分析红景天根中红景天苷[J]. 理化检验: 化学分册, 2006, 42(6): 490.

[责任编辑 全燕]