

## 川芎微波提取工艺优选

范宋玲\*, 张建军, 熊带水, 张诚光  
(广东省第二中医院, 广州 510095)

[摘要] 目的: 优选川芎微波提取的最佳条件。方法: 以阿魏酸的提取率为评价指标, 采用  $L_9(3^4)$  正交表进行试验。结果: 川芎微波提取的最佳工艺为 10 倍药材量 40% 乙醇, 微波功率 160 W, 提取 2 次, 每次 2 min。结论: 该优化工艺稳定可行, 可提高提取效率。

[关键词] 川芎; 阿魏酸; 正交试验; 微波提取

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)18-0046-03

## Study on Microwave-assisted Extraction Technology of Rhizoma Chuanxiong

FAN Song-ling\*, ZHANG Jian-jun, XIONG Dai-shui, ZHANG Cheng-guang  
(Guangdong Second Provincial Traditional Medicine Hospital, Guangzhou 510095, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the optimum microwave-assisted extraction process for Rhizoma Chuanxiong. **Method:** The process was selected by orthogonal design with the transfer rate of ferulic acid as index. **Result:** The optimum extraction conditions was as follows: extracting twice with 10 times amount of 40% ethanol for 2 min. The microwave power was 160 W. **Conclusion:** The optimum extraction process was stable, feasible and could improve extraction efficiency.

[Key words] Rhizoma Chuanxiong; ferulic acid; orthogonal design; microwave-assisted extraction

[收稿日期] 20110106(010)

[通讯作者] \* 范宋玲, 主任中药师, 本科, 从事中药制剂开发研究, Tel: 020-83597017, E-mail: fsongling@126.com

### 3 讨论

急性扁桃体炎、急慢性咽炎以及上呼吸道感染病症中, 细菌检验结果中均能检出金黄色葡萄球菌, 因此, 以体外抗金黄色葡萄球菌的结果可以代表银黄口服液的主要药效之一<sup>[2-4]</sup>。

由于银黄口服液是《中国药典》(2010年版一部)中少数几个以提取物投料的中成药, 由于历史的原因, 其处方可能未经过充分的研究, 因此在本论文中主要对其处方的用量配比合理性进行一些初步评价, 基于此目的, 本研究未考虑剂量差异对试验结果的影响, 试验结果表明, 银黄口服液处方中黄芩提取物与金银花提取物的用量配比可进一步改进, 以提

高药效, 但由于实验所限, 本研究仅以体外抗菌试验及一株细菌的结果作为观察指标, 此结果有待体内试验及多株细菌试验结果进行验证。

### [参考文献]

- [1] 中国药典. 二部[S]. 2005: 85.
- [2] 戴丽华. 儿童复发性扁桃体炎需氧和厌氧菌的研究[J]. 国际耳鼻咽喉头颈外科杂志, 1983(1): 34.
- [3] 刘树喜, 黄琪珍, 孙华. 草药雀梅藤抗菌试验研究[J]. 云南中医学院学报, 1990(2): 23.
- [4] 赵元文. 上呼吸道感染的病原菌分布及药敏分析[J]. 中国城乡企业卫生, 2000(5): 34.

[责任编辑 仝燕]

川芎始载于《神农本草经》,系伞形科植物藁本属植物川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort. 的干燥根茎,性味辛温,入肝胆心包诸经,为血中气药,善于行散,有行气活血,祛风止痛之功效;用于治疗月经不调,经闭痛经,跌打肿痛,头痛,风湿痹痛等症。

川芎传统的提取方法如煎煮法、渗漉法、回馏法、蒸馏法等,其优点是操作简便,对工艺、设备的要求不高,因此,应用较为广泛。但它们同时存在着提取时间长、耗能大、含杂质多等缺点。近几年,国内开始研究应用微波提取新技术提取中药中的有效成分,该提取方法具有时间短、效率高、能耗低等特点。本文以阿魏酸的提取率为评价指标,对川芎微波提取工艺进行优选。

## 1 材料

Agilint 1200 高效液相色谱仪, XS205DU 型电子分析天平 (METTLER), MK-2485MG (N) 型微波提取器 (青岛海尔)。阿魏酸对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 0773-9910), 乙腈、甲醇 (色谱纯), 水为重蒸水, 其他试剂均为分析纯, 川芎药材经广东省中医研究所提供。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** Agilent Extend C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.085% 磷酸水溶液 (18:82), 检测波长 316 nm, 流速 1 mL · min<sup>-1</sup>, 柱温 35 °C。

**2.2 标准曲线的制备** 精密称取阿魏酸对照品 4.93 mg, 用 70% 甲醇溶液定容于 25 mL 量瓶中, 再精密吸取 5.00 mL 上述溶液, 定容于 10 mL 量瓶。分别精密吸取对照品溶液, 配制为 2.366 4, 4.732 8, 9.465 6, 14.198, 18.931, 23.664 mg · L<sup>-1</sup> 的对照品溶液。精密吸取各阿魏酸对照品溶液 10 μL 注入液相色谱仪, 按照上述色谱条件进行分析, 并以峰面积 (A) 对阿魏酸质量浓度 (C) 进行回归, 得回归方程  $A = 5.445.03C - 5.71$  ( $r = 0.9991$ )。结果表明, 阿魏酸在 2.3664 ~ 23.664 μg 呈良好线性关系。

**2.3 提取方法选择** 微波提取能否得到理想的效果, 与许多因素有关, 其中主要影响因素有微波时间、微波功率、提取溶剂等。

**2.3.1 提取溶剂的确定** 精取 4 份川芎药材粗粉约 100 g, 分别加入 10 倍量水、10% 乙醇、20% 乙醇、30% 乙醇, 于 490 W 功率微波加热 2 min, 放冷后过滤, 滤液减压浓缩至适量, 置 1 000 mL 量瓶中, 用少

量 20% 乙醇分次洗涤容器, 洗液并入同一量瓶中, 加 20% 乙醇至刻度, 摇匀, 过滤。精密吸取续滤液 1 mL 置 10 mL 量瓶中, 加 20% 乙醇至刻度, 摇匀, 溶液用 0.45 μm 微孔滤膜滤过得供试液。按 2.1 项下色谱条件测定阿魏酸质量分数, 结果分别为 0.295 9, 0.383 4, 0.396 6, 0.405 6 mg · g<sup>-1</sup>。当乙醇体积分数为 10% ~ 30% 时, 阿魏酸质量分数随乙醇体积分数升高而呈上升趋势, 且均较水提效果好。

**2.3.2 微波时间对阿魏酸提取率的影响** 精取 5 份川芎药材粗粉, 每份约 100 g, 分别加入 10 倍量水, 以 490 W 功率, 分别微波提取 1, 2, 3, 4, 5 min, 放冷后过滤, 滤液减压浓缩至适量, 按 2.3.1 项下方法制备供试品溶液, 按 2.1 项下色谱条件测定, 结果供试品中阿魏酸质量浓度分别为 0.316 8, 0.444 5, 0.475 7, 0.534 8, 0.449 1 mg · g<sup>-1</sup>。川芎在 490 W 功率下微波提取 1 ~ 3 min, 阿魏酸含量随时间增长呈上升趋势, 微波提取 4 min 时阿魏酸含量可达到最大, 提取超过 4 min 后呈下降趋势。根据试验结果, 确立优化试验微波提取时间为 2, 4, 6 min 3 个水平。

**2.4 正交试验设计与结果** 为确定川芎的微波提取工艺, 主要考察溶剂量、提取时间、提取功率、乙醇体积分数 4 个因素, 每个因素取 3 个水平, 以提取物中阿魏酸含量为考察指标, 采用 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交试验, 筛选最佳工艺 (表 1)。

表 1 川芎微波提取工艺正交试验因素水平

水平	A 溶剂量 /倍	B 微波时间 /min	C 提取 功率/W	D 乙醇体积 分数/%
1	10	2	160	20
2	12	4	305	30
3	14	6	570	40

分别取川芎药材粗粉 9 份, 每份约 100 g, 按 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交表设计加入不同体积分数的乙醇, 微波提取 2 次, 过滤, 合并 2 次提取滤液, 滤液减压浓缩至适量, 按 2.3.1 项下方法制备供试品溶液; 每一样品平行做 2 份。按 2.1 项下色谱条件测定上述供试品中阿魏酸含量, 计算阿魏酸的提取率, 结果见表 2。

从直观分析可看出, 影响阿魏酸提取含量的因素主次顺序为  $D > B > A > C$ , 即乙醇体积分数为最大影响因素, 其他依次为微波提取时间、溶剂量和提取功率。最佳工艺为 A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>C<sub>2</sub>D<sub>3</sub>。对结果进行方差分析, 见表 3。

表 2 川芎微波提取工艺正交试验

No.	A	B	C	D	阿魏酸提取率/%		合计
1	1	1	1	1	72.9	71.8	144.70
2	1	2	2	2	73.4	75.6	149.00
3	1	3	3	3	66.6	69.4	136.00
4	2	1	2	3	76.0	74.7	150.70
5	2	2	3	1	48.0	50.4	98.40
6	2	3	1	2	57.8	59.6	117.40
7	3	1	3	2	64.1	67.9	132.00
8	3	2	1	3	75.4	71.8	147.20
9	3	3	2	1	53.9	56.0	109.90
$K_1$	143.23	142.47	136.43	117.67			
$K_2$	122.17	131.53	136.53	132.80			
$K_3$	129.70	121.10	122.13	144.63			
$K_4$	21.06	21.37	14.40	26.96			

表 3 方差分析

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	341.853	2	170.927	54.55	<0.01
B	342.463	2	171.232	54.65	<0.01
C	205.930	2	102.965	32.86	<0.01
D	548.123	2	274.062	87.47	<0.01
误差	28.20	9	3.113		

表 3 显示,乙醇体积分数、微波提取时间、溶剂用量、提取功率 4 个因素对结果均具有极显著的影响,而提取功率对试验结果影响最小,综合考虑节约能源和微波功率越大、溶剂蒸发量越大的关系,最后确立的微波提取工艺为  $A_1B_1C_1D_3$ ,即 10 倍量 40% 乙醇,于功率为 160 w 微波提取 2 次,每次 2 min。

**2.5 验证试验** 按正交试验结果的最佳工艺方案重复试验 3 次,结果阿魏酸质量分数分别为 0.796, 0.785, 0.729  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ; 提取率分别为 78.46%, 77.38%, 71.86%。与正交试验优选结果吻合,说明正交试验选出的工艺条件合理,工艺条件稳定可行。

### 3 讨论

微波提取技术具有简便快速、高效节能、重复性好等优点,越来越多地应用于天然药物的化学成分及中药的有效成分研究。但目前新技术新设备也有一定局限性,尚未应用于中药的工业化大规模生产。因此需要对其工艺流程、设备条件等影响因素等进

行全面细致的研究与探索,以促进中药提取技术的现代化发展。

本试验所使用的微波炉是没有回流装置的,在微波提取时会有一部分溶剂蒸发,对试验结果可能会有影响,使阿魏酸的提取量偏小,若使用带有回流装置的微波炉进行提取,可能提取率更高。

### [参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S]:2005:89.
- [2] 朱长福,石全信,严玉平,等.不同川芎药材中川芎嗪及阿魏酸含量及指纹图谱研究[J].中药材,2008,31(8):1113.
- [3] 赵丽恋,夏新华.川芎醇提工艺研究[J].中成药,2002,24(3):173.
- [4] 邹坤明.川芎中阿魏酸提取工艺研究[J].现代中医药,2005(3):59.
- [5] 刘旭,杨雪梅,徐江平,等.正交试验对川芎提取工艺的筛选研究[J].广东药学,2003,13(6):3.
- [6] 李海强.中药川芎的现代基础研究及临床应用近况[J].现代医药卫生,2008,24(13):1999.
- [7] 许惠.中药川芎应用与提取工艺的发展研究[J].重庆工商大学学报,2005,22(3):233.
- [8] 郭维图,孙福平.微波技术在中药提取与干燥方面的应用[J].机电信息,2008(11):5.

[责任编辑 全燕]