

# 金钗石斛鲜品闪式提取方法的工艺研究

钱桂敏<sup>1,2\*</sup>, 王平<sup>1</sup>, 郭峰<sup>3</sup>

(1. 浙江医药高等专科学校中药系, 浙江 宁波 315100; 2. 浙江工业大学药学院, 浙江 杭州 310032;  
3. 浙江大学宁波理工学院, 浙江 宁波 315100)

[摘要] 目的: 研究闪式提取法中金钗石斛鲜品的最佳提取条件。方法: 采用  $L_9(3^4)$  正交试验法优选金钗石斛的最佳提取条件。考察提取次数、溶剂浓度和溶剂倍数 3 个因素, 每个因素选取 3 个水平进行实验。结果: 最佳工艺为  $A_2B_2C_3$ , 即用 8 倍量 75% 乙醇破碎提取 3 次, 时间为 30 s/次。结论: 采用本工艺金钗石斛的活性成分石斛碱含量较高, 工艺可行。

[关键词] 正交设计; 闪式提取; 金钗石斛; 石斛碱

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)05-0038-02

金钗石斛为兰科石斛属植物金钗石斛 (*Dendrobium nobile* Lindl.) 的新鲜或干燥茎<sup>[1]</sup>, 其化学成分类型有生物碱类、酚类、多糖类等, 其中石斛碱为主要成分。本次试验采用的闪式提取法是通过闪式提取器对金钗石斛鲜品在不同浓度的乙醇中充分破碎而达到提取的目的。此法优点在于提取快速、完全, 并不需要加热, 从而可以节约大量的时间、溶剂和能源<sup>[2]</sup>。为了确定闪式提取法的最佳提取条件, 本文采用正交试验法进行了研究, 并通过气相色谱法对金钗石斛中的特征性成分——石斛碱的含量进行测定比较, 优选出最佳工艺条件。

## 1 仪器及试剂

闪式提取器、闪式浓缩器(均来自郑州金硕科技公司), 多用循环水式真空泵(郑州市巩县英峪予华仪器厂), 瑞士 BUCHI 旋转蒸发器 R II 型, 电子天平(上海天平仪器厂), CLP-1000 超声波萃取器(深圳市长乐超声设备厂), Agilent 气相色谱仪; 所用试剂均为分析纯; 石斛碱对照品自制(归一化法测定其纯度为 99.5%, 熔点: 134.3~136.5 °C); 金钗石斛药材由浙江工业大学提供。工业酒精, 氯仿。

## 2 方法与结果

**2.1 正交设计** 选取石斛碱(特征性成分)的含量做为考察指标, 选用  $L_9(3^4)$  正交方案, 考查了提取次数、溶剂用量和溶剂浓度 3 个因素, 每个因素 3 个水

平设计试验方案, 以确定破碎提取法的最佳提取条件, 见表 1。

表 1 试验因素水平表

水平	A 乙醇浓度	B 溶剂倍数	C 提取次数	D 空白列
1	60%	6	1	
2	75%	8	2	
3	95%	10	3	

**2.2 正交表的选用及结果** 按因素水平表所列的各因素水平, 选用  $L_9(3^4)$  正交方案进行试验。操作方法: 分别精密称取金钗石斛鲜品原料 15 g, 按正交试验表中所选取的 3 因素 3 水平条件进行破碎提取, 抽滤取滤液, 浓缩至干, 加氯仿超声萃取两次, 合并滤液, 浓缩至干, 然后按气相色谱实验方法操作<sup>[3]</sup>, 对金钗石斛药材进行含量测定, 实验数据及方差分析结果见表 2、表 3。

**2.3 试验结果的直观分析** 由表 2 可以看出, 因素 A 的极差最大( $RA=0.2017$ ), 是影响收率的主要因素, 其次是 C, 而 B 的极差最小, 是次要因素。在交互作用可以忽略时, 把各主要因素的最优水平组合起来, 次要因素可视生产条件任取一水平, 就是最佳的制备工艺条件。

**2.4 试验结果的方差分析及显著性检验** 各因素是否显著, 可通过  $F$  检验作出结论。各因素误差的方差等于其离均差平方和除以相应的自由度, 由此, 再分别计算  $F$  值。方差分析结果见表 3。分析表明, 因素 A、因素 C 对试验结果有影响, 而因素 B 的影响不显著。

[收稿日期] 2007-10-18

[通讯作者] \* 钱桂敏, Tel: (0574) 88223251; E-mail: qiangm@mail.zjpc.net.cn

表 2 正交试验设计及实验数据

实验号	A	B	C	误差	石斛碱含量 (%)
1	1	2	3	4	0.141 8
2	1	2	2	2	0.162 6
3	1	3	3	3	0.138 5
4	2	1	2	3	0.199 3
5	2	2	3	1	0.452 3
6	2	3	1	2	0.329 5
7	3	1	3	2	0.223 9
8	3	2	1	3	0.115 6
9	3	3	2	1	0.036 4
$k_1$	0.147 6	0.188 3	0.195 6	0.210 2	$C = 1.799 9$
$k_2$	0.327 0	0.243 5	0.132 8	0.238 7	$CT = 1.799 9^2/9$
$k_3$	0.125 3	0.168 1	0.271 6	0.151 1	$= 0.359 96$
$R$	0.201 7	0.075 4	0.138 8		

表 3 方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F 值	P 值
A	0.073 4	2	0.036 7	6.220 3	$P > 0.1$
B	0.009 1	2	0.004 6	0.779 7	
C	0.029 0	2	0.014 5	2.457 6	$P > 0.2$
误差 SSe	0.011 9	2	0.005 9		

### 3 讨论

我们选取金钗石斛中的主要有效成分石斛碱的含量作为优选正交方案的指标, 方差分析结果表明, 因素 A 和因素 C 对石斛碱的含量均有影响, 因素 B 则无影响, 根据表 2 直观分析结果, 最佳组合应为  $A_2B_2C_3$ 。因此, 优选出最佳工艺: 8 倍量 75% 乙醇破碎提取 3 次, 时间为 30 s/次<sup>[4]</sup>。按最佳工艺重复实验得石斛碱含量为 0.45%。

### [参考文献]

- [1] 蒋波, 詹源庆, 黄捷. 金钗石斛濒危原因及其野生资源保护[J]. 中国野生植物资源, 2005, 24(5): 34.
- [2] 袁珂, 刘延军, 翼春茹. 中草药化学成分研究中几种不同提取方法的比较研究[J]. 天然产物研究与开发, 1997, 9(04): 57.
- [3] 华茉莉, 杨洋, 沈志伟. 气相色谱法测定金钗石斛药材中石斛碱的含量[J]. 中药材, 2006, 29(04): 338.
- [4] 吴冬梅. 闪式提取器在中药研究中的应用[J]. 中国实验方剂学杂志, 2006, 12(7): 34-37.