

番泻叶提取工艺研究

邓远辉¹, 冯 怡¹, 黄家华²

(1 广州中医药大学第二附属医院, 广东 广州 510120;

2 广州中医药大学中药学院, 广东 广州 510120)

摘要: 目的: 研究番泻叶的最佳提取条件。方法: 采用正交试验进行优选, 紫外分光光度法测定总番泻苷。结果: 提取次数、提取时间对提取有显著影响。结论: 番泻叶的最佳提取条件是: 用药材 15 倍量的 65% 乙醇, 提取 2 次, 每次提取 10min。

关键词: 番泻叶; 正交试验; 总番泻苷

中图分类号: R283.6 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)01-0020-02

番泻叶具有泻下导滞之功效, 是广东省中医院有效验方“通腑醒神”的主要组成之一。为将该方制成胶囊剂, 需对番泻叶进行提取工艺研究。由于番泻叶中总番泻苷成分受热不稳定, 为最大限度地保留有效成分, 我们在预试验的基础上, 通过正交试验优先其最佳提取工艺。

1 材料与方 法

仪器 紫外可见分光光度计(Ultrospec 4000)-Pharmacia Biotech。低速离心机(型号: LD4-2)-北京医用离心机厂。TC-15 套式恒温器(500ml)-浙江新华医疗器械厂。电热恒温水浴锅-北京市医疗设备厂。旋转蒸发器(ZK-201)-上海申科机械研究所。真空干燥箱(ZK-82A 型)-上海市实验仪器总厂。

样品 番泻叶: 广州市药材公司

试剂 乙醚、氯仿、甲醇、盐酸、醋酸镁、三氯化铁、碳酸氢钠均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 正交试验设计 以总番泻苷浸出率为指标, 根据预试验结果, 选择影响因素最大的四个因素, 考察提取次数、乙醇浓度、溶媒用量、提取时间对其影响^[1,2], 采用 $L_9(3^4)$ 进行正交试验。因素水平安排见表 1。

表 1 试验因素水平表

水 平	因素			
	提取次数 A	乙醇浓度(%) B	溶媒量(倍) C	提取时间(min) D
1	1	45	15	10
2	2	55	20	15
3	3	65	25	20

2.2 提取物制备 按正交试验设计方案进行试验, 分别称取番泻叶 5g, 取相应浓度和体积的乙醇, 置套式恒温器中加热至提取液沸腾, 继续加热回流至规定时间, 立即将圆底烧瓶取出, 冷却至 40℃以下, 以布氏漏斗抽滤, 用少量规定浓度的乙醇, 分两次洗涤圆底烧瓶、药渣及滤器, 并按规定的提取次数提取, 最后合并滤液和提取液, 以旋转薄膜蒸发器减压浓缩成流浸膏, 用少量规定浓度的乙醇洗涤圆底烧瓶, 合并流浸膏和洗液, 以蒸发皿于真空干燥箱中 50℃干燥成固体。

2.3 总番泻苷含量测定 提取物加水溶解, 滤过, 转移于 100ml 容量瓶中, 用水洗涤蒸发皿及滤器, 与上液合并, 加水至刻度, 摇匀。精密量取 20ml, 按 2000 版中国药典番泻叶项下含量测定方法, 自“置 150ml 分液漏斗中...”起测定吸收度 A 值, 按番泻苷 B 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 240 计算, 总番泻苷以番泻苷 B 计算^[3], 结果见表 2, 方差分析见表 3。

2.4 正交实验结果 由表 2、表 3 可见在所设的因素和水平中, 最优组合为 $A_2B_3C_{2or1}D_1$, 即提取次数为 2 次, 乙醇浓度为 65%, 加乙醇倍数为药材重量的 15or 20 倍, 回流时间为 10min。

2.5 优化提取法提取效率的考察 按 $A_2B_3C_1D_1$ 制备 3 份提取物, 按 2.3 项下总番泻苷含量测定方法进行测定, 结果见表 4。

3 讨论

正交试验及方差分析结果表明, 因素 A、D 对番泻叶中总番泻苷浸出率有显著影响($P < 0.05$), 比较 4 个因素的 R 值可见影响总番泻苷浸出因素依次为 $A > D > C > B$ 。

预试验表明提取时间越长, 总番泻苷的提取率

越低,证明加热时间的长短对番泻苷含量影响较大^[4]。

表 2 正交试验结果

编号	A	B	C	D	总番泻苷 浸出率%
1	1	1	1	1	0.680 ± 0.032
2	1	2	2	2	0.707 ± 0.016
3	1	3	3	3	0.511 ± 0.023
4	2	1	2	3	0.843 ± 0.034
5	2	2	3	1	1.086 ± 0.045
6	2	3	1	2	1.009 ± 0.034
7	3	1	3	2	1.034 ± 0.029
8	3	2	1	3	0.745 ± 0.025
9	3	3	2	1	1.178 ± 0.035
K_1	1.898	2.557	2.434	2.944	
K_2	2.938	2.538	2.728	2.750	
K_3	2.957	2.698	2.631	2.099	
\bar{K}_1	0.633	0.852	0.811	0.981	
\bar{K}_2	0.979	0.846	0.909	0.917	
\bar{K}_3	0.986	0.899	0.877	0.700	
R	0.353	0.053	0.098	0.281	

表 3 总番泻苷浸出率方差分析

方差来源	离差平方和	自由度	均方	F 值	显著性
A	0.2448	2	0.1224	47.08	$P < 0.05$
C	0.0150	2	0.0075	2.88	
D	0.1306	2	0.0653	25.12	$P < 0.05$
误差	0.0051	2	0.0026		

$$F_{0.05(2,2)} = 19.00$$

表 4 优化提取法提取效率考察结果

编号	番泻叶量(g)	总番泻苷含量(%)
1	5	1.301
2	5	1.267
3	5	1.279
\bar{X}		1.282

方差分析表明,乙醇用量为 20 倍提取效率最高,但无显著性。且由预试验和验证试验可知,15 倍量提取与 20 倍量提取对提取效率影响不大,从节省成本方面考虑,应选用 15 倍量乙醇提取。

参考文献:

- [1] 顾志远. 浸出方法对番泻叶中总番泻苷浸出量的影响[J]. 中国医院药学杂志, 1995, 15(7): 312.
- [2] 刘圣, 田莉, 陈象清, 等. 正交试验优选番泻叶提取工艺的研究[J]. 基层中药杂志, 1998, 12(1): 43.
- [3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 广州: 广东科技出版社, 2000. 308.
- [4] 刘怀香, 徐德芳, 蔡鸿生. 热处理对番泻叶有效成分的影响[J]. 中药材, 1995, 18(4): 196.