

龟板的提取工艺研究

王 岩, 周莉玲, 张月丽, 王琦雯
(广州中医药大学, 广东 广州 510405)

摘要:目的: 研究龟板的水提工艺。方法: 采用正交设计法, 以煎出率及含氮量为考察指标, 对影响龟板提取工艺的因素进行了优选。结果: 实验设计四因素中粉碎度、提取次数、提取时间对提取效果有显著影响。结论: 龟板提取的最佳工艺为 $A_2B_3C_2D_2$, 即粉碎度为 20~40 目, 加 8 倍量水, 提取 3 次, 每次 2h。

关键词: 龟板; 提取工艺; 正交设计

中图分类号: R283.6 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2001)02-0005-02

Optimal Extraction Techniques of *Chinemys Reevesii* by Orthogonal Designed Method

WANG Yan, ZHOU Li-ling, ZHANG Yue-li, WANG Qi-wen

(Guangzhou University of Traditional Chinese medicine, Guangzhou 510405, China)

Abstract: Objective: To study the water extraction techniques of *Chinemys reevesii* (Gray). Methods: The water decocting techniques were optimized by orthogonal designed methods with the dried water decocting rates and the contents of nitrogen in the extract. Results: The smash degree, decocting time and extracting times significantly effected the extracting efficiency. Conclusion: The optimal decocting conditions of *Chinemys reevesii* were: smashing into 20~40 meshes powder, adding 8 times amount of water and refluxing for three time and each time for two hours.

Key words: *chinemys reevesii*; decocting condition; orthogonal designed method

龟板为龟科动物乌龟 *Chinemys reevesii* (Gray) 的腹甲。其味咸、甘, 性平。具有滋阴潜阳、益肾强骨、养血补心之功效, 是中医常用的名贵药材之一^[1]。龟板中主要化学成分为氨基酸、蛋白质、动物胶、微量元素等^[2]。由于其有效成分煎出需要时间较长, 临床多以其醋制品另煎入药。为了寻找龟板的最佳提取工艺, 本文以煎出率及含氮量为指标, 采用正交试验法对其提取工艺进行了优选, 现将实验结果报道

如下。

1 仪器与材料

TG-328A 型电光分析天平, 上海天平仪器厂; ZFQ85A 型旋转蒸发器, 上海医疗专机厂; DKS-12 型电热恒温水浴锅, 上海沈荡中新电器厂; 东方-A 型电热恒温干燥箱, 广州电热干燥设备厂; 凯氏定氮仪, 订制; 龟板购于广州市医药公司中药批发部; 所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 龟板的炮制处理 称取龟板 2kg, 按照《中国药典》2000 版一部附录 IID 项下烫法进行炮制, 用砂子炒至表面淡黄色, 取出, 醋淬(用量约为 20%), 去除残肉筋膜, 80℃干燥, 粉碎, 按细度不同随机筛分出 10~20 目 20~40 目 40~60 目的粗粉备用。

2.2 正交试验设计 称取龟板粉末 100g, 按 $L_9(3^4)$ 正交表中各实验条件分别提取, 提取液滤过, 合并滤液, 减压浓缩, 定容至 250ml。因素水平见表 1。

表 1 试验因素水平表

因素水平	粉碎度(目) A	提取次数(次) B	提取时间(h) C	加水量(倍) D
1	10~20	1	1	6
2	20~40	2	2	8
3	40~60	3	3	10

2.3 龟板煎出率的测定 精密吸取 20ml 的提取液, 置已干燥至恒重的蒸发皿中, 水浴蒸干, 于 105℃干燥 3h, 取出, 置干燥器中冷却 30min, 迅速称重, 记为 W, 按下式计算煎出率:

$$\text{煎出率}(100\%) = \frac{W \times 250}{20 \times 100} \times 100\%$$

2.4 龟板含氮量的测定 精密吸取 20ml 提取液, 按《中国药典》2000 版一部附录 IX L 项下氮测定法第一法(常量法)进行测定。另精密吸取 20ml 蒸馏水同法测定, 作为空白校正, 结果消耗 H_2SO_4 溶液 0.29ml。本实验用 H_2SO_4 滴定液的浓度为 0.05031mol/L。每 1ml H_2SO_4 滴定液(0.05mol/L)相当于 1.401mg 的氮, 按下式计算各提取液中的含氮量:

$$\text{含氮量}(\%) = \frac{(\text{样品滴定 ml 数} - 0.29) \times 1.401 \times \frac{0.05031}{0.05} \times 250}{20 \times 100 \times 100} \times 100\%$$

2.5 结果分析 本实验以煎出率及含氮量作为龟板提取效果的评价指标, 考虑到龟板的含氮量较为重要, 权重系数取 0.6, 煎出率的权重系数取 0.4, 进行综合评价, 结果见表 2。

从极差 R 的大小可知, 各因素对龟板提取效果的影响程度依次为 A>C>B>D。结合 K 值, 确定龟板水提的最佳工艺为 $A_2B_3C_2D_2$, 即粉碎度为 20~40 目, 加 8 倍量水, 提取 3 次, 每次 2h。

2.6 工艺验证试验 为考察上述优选提取工艺的稳定性, 按该工艺条件重复试验 3 次, 分别测定煎出

率及含氮量, 结果见表 3。三次测定结果均优于正交试验表中任何一组, 说明该工艺稳定可行。

表 2 正交试验表 $L_9(3^4)$

试验号	A	B	C	D	煎出率 (%)	含氮量 (%)	综合评分
1	1	1	1	1	11.34	0.3422	86.58
2	1	2	2	2	13.63	0.3607	95.76
3	1	3	3	3	13.84	0.3367	92.38
4	2	1	2	3	14.93	0.3593	99.01
5	2	2	3	1	11.96	0.3512	89.72
6	2	3	1	2	14.31	0.3653	98.34
7	3	1	3	2	12.72	0.2902	81.74
8	3	2	1	3	13.87	0.2668	80.98
9	3	3	2	1	14.20	0.3501	95.54
\bar{K}_1	91.57	89.11	88.63	90.61			
\bar{K}_2	95.69	88.82	96.77	91.95			
\bar{K}_3	86.09	95.42	87.95	90.79			
R	9.60	6.60	8.82	1.34			

* 煎出率评分 = (40/最大煎出率) × 煎出率

含氮量评分 = (60/最大含氮量) × 含氮量

综合评分 = 煎出率评分 + 含氮量评分

表 3 工艺验证试验结果

试验号	煎出率(%)	\bar{x}	RSD(%)	含氮量(%)	\bar{x}	RSD(%)
1	15.28			0.3665		
2	14.94	15.11	1.13	0.3722	0.3694	0.77
3	15.12			0.3695		

3 讨论

本实验通过正交试验考察了粉碎度、提取次数、提取时间和加水量对龟板提取效果的影响, 通过煎出率及含氮量的测定, 采用综合分析法确定了最佳提取工艺, 并对其进行了验证试验, 结果表明该工艺简便、易行、稳定, 为龟板制剂的开发和临床合理应用提供了实验依据。

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海: 上海科技出版社, 1986. 上册, 1154-1155.
- [2] 张远名, 黄慧月, 郑健, 等. 龟板、鳖甲炮制前后化学成分的变化[J]. 中国药理学杂志, 1989, 24(1): 26-28.