

(NO₃)₃·NaOH的显色反应方法进行含量测定,尽管此方法应用很普遍,但与高效液相色谱法测定紫柳素含量相比,其分析方法的专属性稍差,故确定紫柳素和总黄酮的权重系数分别为0.5和0.4。另外,尽管认为在有效成分明确时,浸膏得率越高纯度越低,但考虑到中药成分的复杂性,同时存在许多对药效有贡献的活性成分不甚清楚以及中药治疗机制可能是多组分、多靶点的作用方式,因此,设定浸膏的权重

系数为0.1。

REFERENCES

- [1] The Drugs Standard of Ministry of Health Peoples Republic of China-Uygur Traditional Medicine Fascicule (中华人民共和国卫生部药品标准—维吾尔药分册) [S]. 1999: 47, 150.

收稿日期: 2006-10-21

正交试验法优选马钱子醇提工艺研究

段晓颖 (河南中医学院第一附属医院药学部,河南 郑州 450000)

摘要:目的 优选马钱子最佳醇提工艺。方法 采用正交试验法,以士的宁的含量为考察指标,对乙醇浓度、乙醇用量、回流时间和次数等因素进行研究。结果 最佳提取工艺为加65%乙醇10倍,回流3次,每次1h。结论 该提取工艺合理,为工业化生产提供了科学依据。

关键词:马钱子;士的宁;正交试验;高效液相色谱

中图分类号: R931.6 文献标识码: A 文章编号: 1007-7693(2007)05-0375-03

Optimal Extraction Technology of Semen strychni by Orthogonal Design

DUAN Xiao-ying (Department of Pharmacy, The First Affiliated Hospital Henan Collage of TCM, Zhengzhou 450000, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To optimize the ethanol-extractive process for *Semen strychni*. **METHODS** The orthogonal test design was used in the studies of ethanol concentration, amount of solvent, extraction time and extraction frequency, and content of strychnine was used in the test as guide. **RESULTS** The optimal condition was added 10 times amount of 65% ethanol for three times and 1 hour for each time. **CONCLUSION** The extraction technology is reasonable and provide scientific basis for industrialize process. **KEY WORDS:** *Semen strychni*; strychnine; orthogonal test; HPLC

马钱子^[1]为马钱科植物马钱 *Semen strychni* 的干燥成熟种子,用砂烫法炮制。具有通络止痛,散结消肿的功效,用于风湿顽痹,麻木瘫痪,跌扑损伤,痈疽肿痛;小儿麻痹后遗症,类风湿关节痛。制马钱子含生物碱类成分,有士的宁(番木鳖碱)、伪番木鳖碱、马钱子碱、伪马钱子碱等,它们易溶于乙醇,本实验以主要成分士的宁的提取量为指标,采用正交试验法优选马钱子的醇提工艺。

1 仪器与试药

高效液相色谱仪(日本岛津 10ATVP型),电子天平(德国 Sartorius BS210s),制马钱子(来源:安徽亳州),士的宁对照品(0705-9304,供含量测定用,中国药品生物制品检定所),甲醇、正己烷、二氯甲烷均为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

取制马钱子粗粉18份,每份30g,按照L₉(3⁴)正交试验表,加乙醇回流提取,同一号试验重复1次^[2],测定乙醇回流

液中士的宁的含量,以士的宁的提取量为指标进行工艺优选。

2.1 试验设计表

正交试验考察因素为乙醇浓度,加醇倍数,回流时间,回流次数,每个因素选择三个水平,见表1。

表1 因素水平表

Tab 1 The factors and levels

水平	乙醇浓度/%	乙醇量/倍	时间/h	次数
1	95	6	1	1
2	80	8	2	2
3	65	10	3	3

2.2 回流液中士的宁的测定方法

2.2.1 色谱条件 色谱柱为 Agilent ZORBA SL (4.6 mm × 150 mm, 5 μm);流动相:正己烷-二氯甲烷-甲醇-浓氨试液(42.5:42.5:5.0:35);检测波长:254 nm;柱温:室温;流速:1.0 mL · min⁻¹;理论塔板数按士的宁峰计算应不低于

作者简介:段晓颖,女,硕士生导师,副主任药师 Tel: (0371) 66233639

2000.

2.2.2 对照品溶液制备 精密称取土的宁对照品 2.5 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加乙酸乙酯至刻度, 摇匀, 即得 (0.1 mg · mL⁻¹).

2.2.3 标准曲线的制备 分别配制浓度为 0.05, 0.07, 0.09, 0.11, 0.13 mg · mL⁻¹ 的土的宁对照品溶液, 在上述条件下测定峰面积, 进样量为 10 μL. 以浓度 C 为横坐标, 峰面积 A 为纵坐标, 得回归方程为 $A = -136582.85 + 5285728.5C$, $r = 0.9998$. 线性范围 0.5 ~ 1.3 μg.

2.2.4 供试品溶液的制备 精密吸取马钱子乙醇回流液 20 mL, 加入氨试液 1 mL, 用三氯甲烷萃取 5 次, 每次 10 mL, 合并萃取液, 用硫酸溶液 (3 : 100) 提取 5 次, 每次 15 mL, 合并硫酸液, 加浓氨试液调节 pH 值为 9 ~ 10, 用三氯甲烷提取 5 次, 每次 20 mL, 合并三氯甲烷液, 蒸干, 残渣用乙酸乙酯溶解, 转移至 5 mL 量瓶中并稀释至刻度, 摇匀, 即得.

2.2.5 测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得.

2.2.6 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 10 μL, 注入表 3 正交试验结果 L₉ (3⁴)

Tab 3 Results of L₉ (3⁴) orthogonal test

序号	因素				指标		
	A 乙醇浓度 / %	B 乙醇量 / 倍	C 时间 / h	D 次数	Y ₁	Y ₂ 土的宁提取量 / mg	Y _总
1	1	1	1	1	76.49	68.39	144.88
2	1	2	2	2	150.53	150.68	301.21
3	1	3	3	3	168.32	184.32	352.64
4	2	1	2	3	182.22	162.54	344.76
5	2	2	3	1	140.01	142.23	282.24
6	2	3	1	2	244.14	246.90	491.04
7	3	1	3	2	281.96	277.47	559.43
8	3	2	1	3	363.34	345.84	709.18
9	3	3	2	1	257.18	264.50	521.68
	798.73	1049.07	1345.10	948.80	$G = \sum_{i=1}^9 Y_i = 3707.06$		
	1118.04	1292.63	1167.65	1351.68	$CT = \frac{G^2}{2 \times 9} = 763460.77$		
	1790.29	1365.36	1194.31	1406.58	$SS_1 = \sum_{i=1}^9 Y_{ik}^2 - CT = 118969.98$		
SS _j	85392.79	9147.25	3052.05	20827.16	$SS_2 = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^9 Y_i^2 - CT = 118419.24$		
	$SS_e = SS_1 - SS_2 = 550.74$				$f_e = 9 \times (2 - 1) = 9$		
	$SS_j = \frac{2^2 + 2^2 + 2^2}{3 \times 2} - CT$						

表 4 方差分析表

Tab 4 Analysis of variance

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F 值	P
A	85392.79	2	42696.40	697.77	<0.01
B	9147.25	2	4573.62	74.74	<0.01
C	3052.05	2	1526.02	49.88	<0.01
D	20827.16	2	10413.58	170.18	<0.01
误差 e	550.74	9	61.19		

注: F_{0.01}(2, 9) = 8.02

Note: F_{0.01}(2, 9) = 8.02

液相色谱仪, 连续测定 6 次, 以峰面积计算, RSD 为 2.2%.

2.2.7 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 10 μL, 分别在 0, 2, 4, 6, 8 h 测定峰面积, RSD 为 1.6%.

2.2.8 加样回收率试验 精密吸取已知含量的马钱子乙醇回流液 10 mL, 精密加入土的宁对照品, 按照上述方法制备供试品溶液, 测定含量, 计算回收率, 结果见表 2.

表 2 加样回收率试验结果

Tab 2 Results of recovery test

样品中 土的宁 量 / mg	加入土的 宁对照品 量 / mg	测得土 的宁的 量 / mg	回收率 / %	平均 回收率 / %	RSD / %
2.41	1.46	3.83	97.3	98.1	0.77
2.41	1.46	3.84	97.9		
2.41	2.43	4.78	97.5		
2.41	2.43	4.80	98.4		
2.41	3.40	5.79	99.4		
2.41	3.40	5.75	98.2		

2.3 正交试验结果与分析

试验结果与方差分析见表 3, 表 4.

方差分析结果表明, A、B、C、D 四因素差异均具有显著性, 从表 3 看, A > A > A, B > B > B, C > C > C, D > D > D, 因此选择 A₃B₃C₁D₃. 最佳提取工艺为 A₃B₃C₁D₃, 即加 65% 乙醇 10 倍, 回流 3 次, 每次 1 h.

2.4 验证试验

取三份制马钱子粗粉, 每份 500 g, 按照优选出的工艺进行提取, 测定提取液中土的宁的转移率分别为 84.4%, 83.2%, 84.9%, 表明该提取工艺重复性良好.

3 小结与讨论

3.1 马钱子含生物碱类成分,该类成分的提取方法常用的有酸水法和乙醇提取法,由于酸水法对生产设备有腐蚀性,因此本实验采用乙醇作为提取溶剂。最佳工艺验证结果表明土的平均转移率达到 83%以上,说明该工艺具有合理性。

3.2 马钱子质地坚硬,有效成分难以浸出,为了提高提取效率,将马钱子粉碎为粗粉。

3.3 检索近十年来专业文献,有关马钱子的提取工艺鲜有报道,本实验优选出的工艺为工业生产中马钱子的提取提供

了科学依据。

REFERENCES

- [1] Ch P(2005)Vol (中国药典 2005年版.一部) [S]. 2005: 8
- [2] LU Y F. Mathematical Statistics[M]. Shandong: Shandong University Press, 1992: 139-142, 154-157, 158-164.

收稿日期: 2006-08-16

超临界萃取技术提高五味子萃取物中有效成分含量

余琪, 杨苏蓓, 章曙丹, 潘建明 (浙江省中药研究所, 杭州 310023)

摘要:目的 利用超临界二氧化碳萃取技术就提高五味子萃取物中有效成分木脂素和挥发油的含量开展研究。方法 采取分段收集超临界萃取样品的方法,考察萃取物中木脂素和挥发油的量,最终考察最佳萃取工艺条件。结果与结论 以木脂素和挥发油含量为评价标准,最佳萃取工艺条件为:萃取压力 15 MPa,萃取温度 36 °C、流量 (40 ±5) kg · h⁻¹、时间为 4 h。

关键词:超临界萃取;五味子;木脂素;挥发油

中图分类号: R931.6 文献标识码: A 文章编号: 1007-7693 (2007) 05-0377-03

Study on Increasing Lignan and Essential Oil Content from Fruits of *Schisandra chinensis* by Supercritical CO₂ Fluid Extracting

YU Qi, YANG Su-bei, ZHANG Shu-dan, PAN Jian-ming (Research Institute of Chinese Medicine of Zhejiang, Hangzhou 310023, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To increase lignan compounds and essential oil in extraction of *Schisandra chinensis* by supercritical CO₂ extraction technology. **METHODS** Collecting extraction in different time and the optimum extraction condition were studied by orthogonal tests. **RESULTS AND CONCLUSION** The optimum extraction condition are 15 MPa, 36 °C, (40 ±5) kg · h⁻¹ flow rate of CO₂ and 4h, according to the content of lignan and essential oil.

KEY WORDS: supercritical carbon dioxide extraction; Fruits of *Schisandra chinensis*; lignan; essential oil

五味子为木兰科五味子 *Schisandra chinensis* (Turcz.) Baill或华中五味子 *S. sphenanthera* Rehd et Wils 的干燥成熟果实。前者称“五味子”,后者称“南五味子”。五味子中主要含挥发油^[1]、木脂素^[2]等成分。笔者曾经以南五味子萃取物得率为评价标准,采用正交试验考察超临界二氧化碳萃取工艺。对萃取物的含量测定结果显示,并非萃取物得率越高,木脂素的含量就越高^[3]。笔者主要对超临界二氧化碳萃取技术如何提高五味子萃取物中有效成分木脂素和挥发油的含量开展研究。

1 实验仪器与材料

HA221-50-08型超临界流体萃取装置,南通华安超临界设备厂;PE-Lambda20紫外/可见分光光度仪,美国PerkinElmer公司。

五味子产自辽宁抚顺,经杨苏蓓高级工程师鉴定为五味

子 *S. chinensis*;五味子乙素购自中国生物制品检定所,批号:765-200104,供含量测定用。

2 超临界二氧化碳萃取预试验

2.1 不同参数对萃取物得率的影响

压力、温度和二氧化碳流量是影响超临界二氧化碳萃取的主要因素。固定药材粉碎度 20~40目,以不再收集到萃取物的时间为萃取时间,以萃取物得率为标准,考察压力、温度和二氧化碳流量。结果影响萃取物得率的最主要因素是萃取压力,随着萃取压力的升高,萃取物的得率升高。当萃取压力达到 21 MPa 以上,萃取物得率最高可以达到约 13%^[3]。该实验考察了萃取物的得率,按此参数所得萃取物经木脂素和挥发油含量测定显示含量较低。

方法:五味子粉碎成 20~40目。置超临界萃取罐内。萃取压力 21~23 MPa,分离压力 6~8 MPa,温度 38~45 °C,

作者简介:余琪,男,高级工程师 Tel: (0571) 85229698 E-mail: yuq917@hotmail.com