

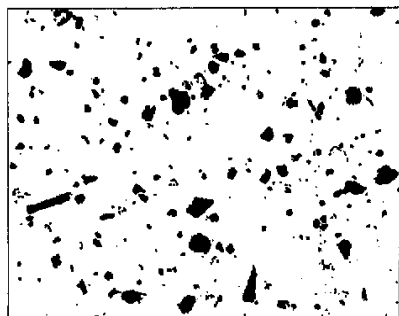


图 2 黄芪微粉在正辛醇中的分散(经软件处理后效果)
Fig. 2 Scattering of *Radix Astragali* ultrafine powder in *n*-octyl alcohol (post-treatment by software)

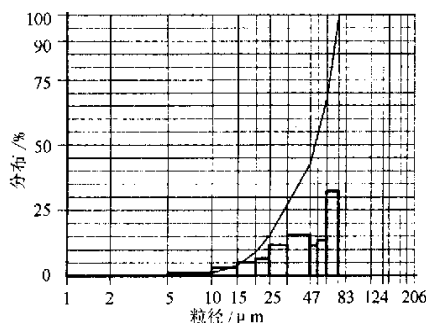


图 3 黄芪微粉粒度分布图

Fig. 3 Distribution of *Radix Astragali* ultrafine powder
兼顾样品的化学性质,尽量减少对供试样品的溶解,避免与其发生化学反应。

湿法分散中最常用的分散介质为乙醇,但它能以任何比例与水混溶;也有采用甘油的,甘油为黏稠液体,能与水或乙醇混溶。较高级的醇为黏稠的液体,在水中的溶解度随着相对分子质量增大而降低。如在 25℃ 的 100 g 水中,正丁醇的溶解度为 7.9 g、正己醇为 0.6 g、正辛醇为 0.5 g。鉴于正辛醇的结构

表 6 不同测试方法的粒度结果比较

Table 6 Comparison on particle size distribution of *Radix Astragali* samples by different testing method

粒径 /μm	Winer3000		BT-9300		Winner99	
	频率	累积	频率	累积	频率	累积
	分布 / %	分布 / %	分布 / %	分布 / %	分布 / %	分布 / %
1	2.52	3.68	5.49	5.49	0.0	0.0
2	10.21	12.72	7.12	12.61	0.0	0.0
4	17.94	30.66	10.63	23.24	1.0	1.0
8	22.51	53.21	14.3	37.54	5.8	6.8
16	16.54	69.75	14.73	52.27	10.5	17.3
32	12.9	82.65	23.92	76.19	35.8	53.1
64	14.75	97.39	20.31	96.50	40.2	87.3
74	2.61	100.00	3.50	100.00	12.7	100.0

及其理化性质的特点,更近似生物相。所以选用正辛醇为分散介质较为适宜。

由于中药种类的复杂性:植物药、动物药、矿物药;物料特性的复杂性:韧性的、脆性的、高硬度的、低硬度的,含纤维量大的、含油率高的、含糖多的、富含淀粉的,以及中药材中组成成分的复杂性;从小分子到大分子,绝大多数是有机化合物,因此,应针对不同样品的特征选择不同的分散介质。

Winner99 显微颗粒图像分析系统测试标准粒度物质,其精密度和重现性 RSD 均在 3% 以内,以 D_p 、 D_{50} 、 X_{nl} 为参数,测试黄芪微粉其精密度和重现性的 RSD 分别为 12.36%、3.48%、6.55%,可能与黄芪微粉粒度的宽分布特征有关。对于宽分布的中药微粉的粒度测试方法,有待进一步研究。

致谢:济南微纳公司和丹东市百特仪器有限公司董青云先生分别采用 Winner3000 干粉激光粒度分析仪和 BT-9300 型激光粒度分布仪代测黄芪微粉的粒度。

渗漉法提取两面针活性成分工艺的研究

刘绍华¹, 覃青云¹, 方 莹¹, 唐献兰¹, 杨卫豪¹, 张祥民²

(1. 柳州两面针股份有限公司博士后工作站, 广西 柳州 545001; 2. 复旦大学 化学系, 上海 200433)

摘 要:目的 研究渗漉法提取两面针中具有镇痛、抗炎和止血活性成分新棒状花椒酰胺工艺。方法 在两面针的提取中对新棒状花椒酰胺有影响的 3 个因素:乙醇体积分数、浸泡时间和渗漉体流量,每个因素选择 3 个指标,通过正交试验进行工艺的优选,以新棒状花椒酰胺的提取率为评价指标,采用 HPLC 法测定两面针提取液中新棒状花椒酰胺。结果 最佳提取工艺条件是两面针用乙醇体积分数为 95%、浸泡时间为 72 h、渗漉体流量为 3.9 mL/min 的时,两面针提取液中新棒状花椒酰胺的质量分数最高,为 0.74%。结论 渗漉法提取两面针活性成分的

收稿日期:2005-06-24

作者简介:刘绍华(1962—),男,广西桂林人,博士,副教授,研究方向为靶向药物的开发研究。

Tel: (0772) 2306054 E-mail: lshaohua8@yahoo.com.cn

最佳提取方法与用回流法比较,提取率较接近,也完全适合两面针中新棒状花椒酰胺提取。

关键词:两面针;新棒状花椒酰胺;渗漉法;正交试验

中图分类号:R284.2; R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2006)03-0373-03

Extractions of active components from *Zanthoxylum nitidum* on percolation method

LIU Shao-hua¹, QIN Qing-yun¹, FANG Kun¹, TANG Xian-lan¹,

YANG Wei-hao¹, ZHANG Xiang-min²

(1. Postdoctor Program Station of Liuzhou Liangmianzhen Co., Ltd., Liuzhou 545001, China, 2. Department of Chemistry, Fudan University, Shanghai 200433, China)

Key words: *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC.; neoherculin; percolation method; orthogonal design

人们对两面针的药理研究做了大量的工作,特别是两面针的解痉、镇痛和抗癌作用的研究较多。笔者从两面针中分离出来一个化合物新棒状花椒酰胺(又名 α -山椒素),通过药理实验研究发现该化合物具有显著的镇痛、抗炎和止血作用^[1]。笔者以新棒状花椒酰胺为指标,采用正交试验考察了乙醇提取两面针的工艺^[2]。本研究采用渗漉法提取两面针,考察其工艺参数,并与乙醇提取法进行比较,这将对两面针提取物在牙膏工业上开发和应用具有重要的指导意义。

1 仪器、药材和试剂

日本岛津 UV-2201 紫外分光光度计,日本岛津高效液相色谱仪(LC-10A 高压泵,SPD-10A 紫外检测器,GS-light 色谱数据处理软件)。

新棒状花椒酰胺对照品由本研究小组分离和鉴定。两面针样品于 2004 年 9 月采自广西金秀,由柳州两面针股份有限公司黄光伟高级工程师鉴定为两面针 *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC.,样品序号分别为 LMZ-040509-01,保存在柳州两面针股份有限公司。乙腈和甲醇为 HPLC 级。

2 方法与结果

2.1 HPLC 法测定新棒状花椒酰胺^[3]

2.1.1 色谱条件:大连依利特公司 Hypersil BDS C₁₈ 高效液相色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μ m), C₁₈ 保护柱,检测波长:268 nm,柱温:40 $^{\circ}$ C,流动相:乙腈-水(50:50),体积流量:1.0 mL/min,进样量:20.0 μ L,外标法定量。

2.1.2 标准曲线和线性回归方程:准确称取 10 mg 新棒状花椒酰胺对照品,甲醇溶解后定容于 50 mL 量瓶中,摇匀后作为对照品贮备液。准确量取对照品贮备液 0.50、1.00、2.00、5.00、8.00 mL 于 10.00 mL 量瓶中,以甲醇定容至标线,摇匀,得对照品溶液。取各质量浓度对照品溶液 20.0 μ L 进样测定,每个浓度进样 3 次,以平均峰面积为纵坐标,对应的质

量浓度(mg/mL)为横坐标作标准曲线,线性回归,得回归方程 $Y = 1.75 \times 10^5 X + 7.71 \times 10^4$, $r = 0.9999$,结果新棒状花椒酰胺在 0.01~0.16 mg/mL 线性关系良好。

2.1.3 测定:取渗漉液 5.00 mL,用 0.45 μ m 有机相滤膜滤过后,甲醇定容至 50.00 mL,取 20 μ L 进样测定,每个样品进样 3 次,以平均峰面积根据线性回归方程计算其质量浓度,然后计算药材中新棒状花椒酰胺的提取率。

提取率 = 新棒状花椒酰胺质量 / 药材质量 $\times 100\%$

2.2 两面针活性成分提取工艺条件的优化:在工业上,两面针药膏的提取方法有浸泡、回流、渗漉提取等方法,其中以渗漉和回流提取法为主。渗漉提取使用的溶剂也很多,如水、乙醇、甲醇、丙酮等,但多以乙醇为主要的提取溶剂。在渗漉提取的过程中,所用的乙醇体积分数、浸泡时间和渗漉体积流量等对面针中新棒状花椒酰胺提取的影响很大。本研究采用渗漉提取法考察提取溶剂乙醇的体积分数、浸泡时间和提取时间对被提取的活性成分的影响,每个因素考察 3 个水平,见表 1。

表 1 因素和水平

Table 1 Factors and levels

水	因 素		
平	A 乙醇体积分数/%	B 提取时间/h	C 体积流量/(mL·min ⁻¹)
1	50	24	1.3
2	75	48	2.6
3	95	72	3.9

每个试验准确称取两面针 100.0 g,按正交试验设计表所列的各条件进行渗漉提取,按建立的方法测定提取液中新棒状花椒酰胺,并计算两面针中新棒状花椒酰胺的提取率。结果见表 2,方差分析见表 3。

从正交试验结果的直观分析和方差分析来看,影响两面针中新棒状花椒酰胺提取的乙醇体积分数(因素 A)和提取时间(因素 B)对检测指标有显著性影响,宜选 A₃ 和 B₃ 水平。C 因素是渗漉的体积流

量,对被提取的新棒状花椒酰胺的影响不大,故选择体积流量大一点的因素 C_3 来提取两面针中新棒状花椒酰胺。因此,用渗漉法提取两面针中新棒状花椒酰胺的最佳工艺条件是 $A_3B_3C_3$,即用 95%乙醇溶液,在渗漉柱中以 3.9 mL/min 的体积流量流出,提取 72 h,即可达到两面针中新棒状花椒酰胺提取的最佳工艺效果。

表2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test

试验号	A	B	C	D(误差)	新棒状花椒酰胺提取率/%
1	1	1	1	1	0.03
2	1	2	2	2	0.22
3	1	3	3	3	0.46
4	2	3	2	1	0.72
5	2	1	3	2	0.34
6	2	2	1	3	0.67
7	3	2	3	1	0.71
8	3	3	1	2	0.74
9	3	1	2	3	0.35
K_1	0.71	0.72	1.44	1.46	
K_2	1.73	1.60	1.29	1.30	
K_3	1.80	1.92	1.51	1.48	
R	1.09	1.20	0.22	0.18	

表3 方差分析

Table 3 Variance analysis

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F值	显著性
A	0.25	2	0.13	65.00	$P<0.05$
B	0.25	2	0.13	65.00	$P<0.05$
C	0.005 9	2	0.003 0	1.50	
D(误差)	0.004 0	2	0.002 0		

$$F_{0.05}(2,2)=19.0 \quad F_{0.01}(2,2)=99.0$$

2.3 验证试验:取两面针 100.0 g,用渗漉法在 $A_3B_3C_3$ 条件下提取两面针中的新棒状花椒酰胺,按同样的方法来检测分析提取液中新棒状花椒酰胺,结果提取液中新棒状花椒酰胺的提取率为 0.74%,

这与试验 8 号的 $A_3B_3C_1$ 结果一致。这可能是只要选择合适的提取溶剂,有足够的浸泡时间让溶剂将两面针中的新棒状花椒酰胺提取完全即可,渗漉速度的快慢对两面针中的新棒状花椒酰胺提取影响不大,所以用渗漉法在 $A_3B_3C_3$ 的条件下与试验 8 号的 $A_3B_3C_1$ 结果都是 0.74%。

3 讨论

试验研究发现,不同的提取条件,两面针中新棒状花椒酰胺差别很大。当乙醇体积分数为 95%、浸泡时间为 72 h、渗漉体积流量为 3.9 mL/min 时,两面针提取液中新棒状花椒酰胺的提取率最高,为 0.74%;当乙醇体积分数为 50%、浸泡时间为 24 h、渗漉速度为 1.3 mL/min 时,两面针提取液中新棒状花椒酰胺的提取率最低,为 0.031%。

与回流提取法相比,渗漉法提取不需要加热回流,但是乙醇的体积分数要求高一些,时间要长一些,提取率为 0.74%;而回流法提取时,要加热回流,乙醇的体积分数要求稍低一些,时间要短一些,提取率为 0.76%^[2],稍高一些。通过比较研究发现,这两种提取方法都是切实可行,可以根据具体情况选择合适的提取方法。

References:

- [1] Liu S H, Qin Q Y, Fang K, et al. The preparation of neoherculin and it is used in the productions of oral cavity [P]. CN: 2005102000806. 2005-02-05.
- [2] Liu S H, Qin Q Y, Fang K, et al. Extraction of neoherculin from *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC [J]. *Nat Prod Res Devel* (天然产物研究与开发), 2005, 17 (4): 482-484.
- [3] Liu S H, Qin Q Y, Tang X L, et al. Determination of the neoherculin of *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC growing in the ten areas of Guangxi [J]. *Nat Prod Res Devel* (天然产物研究与开发), 2005, 17(3): 337-339.

高速逆流色谱法分离制备淡豆豉中大豆素和染料木素

曲丽萍, 宓鹤鸣*, 范国荣, 位 华, 孙 亮

(第二军医大学药学院 药物分析教研室, 上海 200433)

淡豆豉是经大豆 *Glycine max* (L.) Merr. 发酵而来的传统中药,其中所含的大豆异黄酮是该药主要活性成分之一。近年来的研究表明,大豆异黄酮是一类重要的生理活性物质,具有预防心血管

疾病、防癌抗癌、治疗骨质疏松、降低妇女更年期综合症^[1~3]等功效。经发酵处理后大豆异黄酮中游离型苷元的质量分数明显提高,如大豆素和染料木素,而游离型大豆异黄酮比结合型大豆异黄酮具有更强

收稿日期:2005-05-17

基金项目:上海市科委基金资助项目(02DZ19111)

*通讯作者 宓鹤鸣 Tel: (021) 25074436 E-mail: mixiao0519@msn.com