

浙贝母提取工艺的优化选择

广州中药一厂(510130) 苏碧茹* 程艳阳 陈 斌

摘 要 以总生物碱含量为指标,采用正交试验法考察提取溶媒、溶媒浓度、药材处理方法、提取次数等因素对总生物碱提取效果的影响。结果表明,浙贝母的最佳提取工艺条件为以95%乙醇提取2次,每次1h,整粒提取,溶媒量6倍,药材不需碱处理。

关键词 浙贝母 总生物碱 提取工艺 正交试验

浙贝母的功效是清热润肺、化痰止咳,其主要有效成分贝母碱具有化痰镇咳的作用^[1]。为了制定科学合理的提取工艺,保证有效成分的提取效率,特以总生物碱含量为指标,用正交试验法作最佳提取工艺的研究。

1 仪器与试剂

华里安 CARY-1 型紫外分光光度计,浙贝母药材购自广州市药材公司,贝母素甲对照品由中国药品生物制品检定所提供,所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 样品的提取:取浙贝母药材8份,每份30g,按表1条件进行药材处理及提取,测定提取液的最后体积,作为供试品溶液。

2.2 总生物碱的测定^[2]

2.2.1 标准曲线制备:精密称取贝母素甲对照品5.1mg,置50mL容量瓶中,加氯仿溶解至刻度,摇匀,作为对照品溶液。分别精密吸取5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0mL至25mL容量瓶中,加缓冲液(pH=5.0)5mL,溴麝香草酚蓝试液2mL,摇匀,再加氯仿至刻度,

充分摇匀,移入分液漏斗中,放置分层,取下层液作测试液。以氯仿同法操作作空白对照,先用350~450nm波长进行扫描,得 λ_{max} 为410nm,测定吸收度值,得回归方程为: $A=1.9595C+0.0122, r=0.9992$ 。

2.2.2 样品的测定:分别精密吸取供试品溶液2mL,置25mL容量瓶中,加缓冲液(pH=5.0)5mL,溴麝香草酚蓝试液2mL,摇匀,再加氯仿至刻度,充分摇匀,移入分液漏斗中,放置分层,取下层液比色测定。另取蒸馏水2.0mL同法操作,作为空白溶液。在410nm波长处测定吸收度值,并按回归方程计算样品液中总生物碱含量。

2.3 正交试验及结果:根据有关资料及经验,拟定7个因素,每个因素选择2个水平(表1),按 $L_8(2^7)$ 正交设计表对总生物碱进行提取和测定,结果见表2,方差分析见表3。

表1 因素水平

水平	溶媒 浓度		药材处理	提取次数	提取时间	粒度	溶媒量
	A	B(%)	C	D	E(h)	F	G
1	乙醇	60	10%Na ₂ CO ₃ 浸30min	2	1	碎粒	6倍
2	水	95	不处理	3	2	整粒	9倍

表2 试验方案与结果

试验号	因素							试验指标
	A	B	C	D	E	F	G	总生物碱含量(%)
1	1	1	1	1	1	1	1	0.163
2	1	1	1	2	2	2	2	0.240
3	1	2	2	1	1	2	2	0.280
4	1	2	2	2	2	1	1	0.310
5	2	1	2	1	2	1	2	0.148
6	2	1	2	2	1	2	1	0.128
7	2	2	1	1	2	2	1	0.095
8	2	2	1	2	1	1	2	0.126
I	0.993	0.679	0.624	0.606	0.697	0.747	0.696	
II	0.497	0.811	0.866	0.884	0.793	0.743	0.794	T=1.49
R	0.496	0.132	0.242	0.110	0.096	0.004	0.898	

Address: Su Biru, Guangzhou No. 1 Factory of Chinese Materia Medica, Guangzhou

表3 方差分析

方差来源	偏差平方和	自由度	均方	F值	P
A	0.0307	1	0.0307	74.70	<0.01
B	4.375×10^{-3}	1	4.375×10^{-3}	10.63	<0.05
C	7.325×10^{-3}	1	7.325×10^{-5}	17.81	<0.05
D	1.738×10^{-3}	1	1.738×10^{-3}	4.22	>0.05
E	3.25×10^{-5}	1	3.25×10^{-5}	0.079	>0.05
F	2.0×10^{-6}	1	2.0×10^{-6}	0.0049	>0.05
G	1.2×10^{-3}	1	1.2×10^{-3}	2.91	>0.05
e(误差)	1.235×10^{-3}	3	1.235×10^{-3}		

$F_{0.01}(1,3)=34.11$ $F_{0.05}(1,3)=10.13$

3 小结

3.1 方差分析表明,提取溶媒对贝母碱的提取效果影响极显著,溶媒浓度、药材处理次之,提取时间、提取次数、粒度、溶媒量对结果几乎无影响。

3.2 从表2结果表明,提取效果最佳的第4

号($A_1B_2C_2D_2E_1F_1G_1$),即以95%乙醇提取3次,每次2h,碎粒提取,溶媒量6倍,药材不需10% Na_2CO_3 处理。计算选优为 $A_1B_2C_2D_2E_2F_1G_2$,即除溶媒9倍外,其余相同,但从表3看,溶媒量等对结果几乎无影响,可任取其一水平,从节约成本考虑,选择最佳提取工艺为 $A_1B_2C_2D_1E_1F_2G_1$,即以95%乙醇提取2次,每次1h,整粒提取,溶媒量6倍,药材不需10% Na_2CO_3 处理。

参考文献

1 中国医学科学院药物研究所等编. 中药志(I). 北京: 人民卫生出版社, 1982: 93

2 刘舞霞, 等. 药物分析杂志, 1990, 10(2): 114

(1998-07-17 收稿)

HPLC法测定蔓荆子黄素的含量

山东省药品检验所(济南250012) 王坤* 管玉民

摘要 以蔓荆子黄素为指标,用反相HPLC法测定了蔓荆子中的含量,实验采用 C_{18} 柱,以甲醇-0.4%磷酸溶液(60:40)为流动相,检测波长258nm,用外标法测定,回收率为98.18%, RSD 1.46%,线性范围0.15~0.75 μg 。本法快速简便,重现性好,为蔓荆子质量控制提供了可靠的依据。

关键词 蔓荆子 蔓荆子黄素 HPLC 含量测定

蔓荆子为单叶蔓荆 *Vitex trifolia* L. var. *simplicifolia* Cham 或蔓荆 *V. trifolia* L. 的干燥成熟果实,具有疏散风热,清利头目之功效^[1],是用于风热感冒头痛的常用药。至今为止,各版药典蔓荆子项下,均没有含量测定指标。蔓荆子黄素是蔓荆子的主要化学成分^[2],目前尚未见用HPLC测定蔓荆子黄素的含量报道。我们以蔓荆子黄素为指标对蔓荆子进行了含量测定,方法快速简便,重现性好,回收率为98.18%。

1 仪器与试剂

SP-8800 高效液相色谱仪, SP-200 型紫外检测, 10 μL 标准定量进样环。蔓荆子黄素自提,经光谱鉴定,并经HPLC分析为单一峰,纯度为98.46%。所用试剂为色谱纯或分析纯,蔓荆子购于本地药店。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱 4.6 mm \times 250 mm C_{18} , 流动相 甲醇-0.4%磷酸溶液(60:40), 检测波长 258 nm, 流速 1.0 mL/min, 进样量 10 μL , 柱温 32 $^{\circ}C$, CS 0.25, 衰减 64。在此条件下蔓荆子黄素与样品中其它成分达到较好

* Address: Wang Kun, Shandong Provincial Institute for Drug Control, Jinan