

正交试验法研究三七提取工艺

唐红芳,毛丽珍,徐世芳

(浙江省医学科学院,浙江 杭州 310013)

摘要:目的 优选三七的最佳提取工艺。方法:采用正交试验法,以提取液中三七总皂苷含量为考察指标,对影响三七提取工艺的因素进行了研究。结果 实验设计三因素中提取方式有显著影响。结论 三七的最佳提取工艺为:用 75% 乙醇浸渍三七 24 h 后,以每公斤每分钟 1~3 mL 速度渗漉,收集相当于三七 10 倍量的渗漉液。

关键词: 正交试验;三七;三七总皂苷;提取工艺

中图分类号: TQ461 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)01-0026-03

Studies on process for extraction of *Panax notoginseng* by orthogonal experiments

TANG Hong-fang, MAO Li-zhen, XU Shi-fang

(Zhejiang Academy of Medical Sciences, Hangzhou Zhejiang 310013, China)

Abstract Object To optimize the conditions for the extraction of *Panax notoginseng* (Burk.) F. H. Chen. **Methods** Conditions for the extraction were studied by orthogonal experimental design as guided by the content of total notoginseng saponin present in the extract. **Results** Significant effect was observed in 3 different experimental conditions. **Conclusion** The optimum condition for the extraction of *P. notoginseng* was to soak the drug in 75% alcohol for 24 h and then percolate at a rate of 1~3 ml/min to collect an amount corresponding to about 10 times of the quantity of *P. notoginseng*.

Key words orthogonal experiment; *Panax notoginseng* (Burk.) F. H. Chen; notoginseng saponin; extraction process

三七为五加科植物 *Panax notoginseng* (Burk.) F. H. Chen 的根,是我国著名的药用植物,具滋补强壮、止血、活血化瘀和消肿止痛的功效^[1]。现代药理研究证明三七总皂苷对中枢神经系统有明显的抑制作用^[2]和镇痛作用^[3],是三七中的主要有效成分之一。在中药制剂中,常用三七提取物(液或浸膏)与其它中药配伍制成各种中药制剂,为了制定科学经济的三七提取工艺,同时保证成药的质量,本文采用正交试验法对三七常用的渗漉、冷浸及水煎醇沉提取工艺进行筛选。

1 仪器与药品

UV-210A 分光光度计(日本岛津);玻璃层析柱(8 mm×90 mm);中性氧化铝;D101 型大孔吸附树脂(天津骨胶厂,40~60目)。

人参皂苷 Rg₁ 对照品(中国药品生物制品检定所);三七药材(市售);高氯酸优级纯;香草醛、冰醋酸均为分析纯。

2 三七总皂苷含量测定方法^[4]

2.1 吸附树脂的制作:将大孔树脂用丙酮浸泡 2 d,

加热回流 12 h,抽滤,用丙酮洗至滤液与水(1:2)混合不产生混浊;用水漂洗除去杂质并洗至无丙酮味,水浸泡备用。

用滴管吸取浸泡膨胀的树脂加入盛水的层析柱内,打开活塞,保持水向下流动,至装入树脂达 6 cm 高,覆以脱脂棉少许,加中性氧化铝 0.2 g,再覆盖一层脱脂棉,压紧,用蒸馏水冲洗后备用。

2.2 标准曲线的制备:精密称取在 60℃ 减压干燥至恒重的人参皂苷 Rg₁ 对照品适量,加甲醇制成每毫升含 1 mg 的对照品溶液。精密量取 10, 20, 40, 60, 80, 100 μL 分置于 10 mL 具塞试管中,水浴挥干溶剂,加入新配制的 5% 香草醛冰醋酸溶液 0.2 mL,高氯酸 0.8 mL,于 60℃ 水浴中保温 15 min,立即置于冰水中冷却 5 min,加冰醋酸 5 mL,摇匀,放置 10 min,以试剂空白作参比,照分光光度法(中国药典 1995 年版一部附录 V),在 545 nm 波长处立即测定吸光度 A,各浓度(C)相应的吸光度 A 经统计处理,求得回归方程为: $C = 200.76A + 2.022$, $r = 0.9999$

收稿日期: 2000-03-23

作者简介:唐红芳,女,杭州人,副研究员,毕业于杭州大学化学系,主要从事药物方法学的研究和药品质量标准的制订工作。近年来开展植物药提取工艺的研究。在《药物分析杂志》等刊物上发表论文数篇。

2.3 供试品含量测定

2.3.1 提取液中三七总皂苷含量测定:精密量取 3 项下提取液 3 mL,于水浴上挥至近干,用水溶解并移入 10 mL量瓶中,定容至刻度。精密量取 2 mL溶液移入处理好的 D101大孔吸附树脂柱中,先用 15 mL水洗脱(流速 0.4~0.5 mL/min),弃水洗液,继以 70%乙醇 25 mL洗脱,收集洗脱液于水浴上挥干,残渣用甲醇溶解,滤过,滤液置 2 mL量瓶中,用甲醇定容至刻度,混匀。精密量取该供试品溶液 40 μ L置 10 mL具塞试管中,于水浴中挥干溶剂,照标准曲线制备项下方法自“加入新配制的 5%香草醛冰醋酸溶液 0.2 mL”起,依法测定吸光度,并用回归方程计算即得。

2.3.2 药材中三七总皂苷含量测定:取三七适量,碎成细粉。精密称取约 1 g,置 100 mL具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25 mL,密塞称定重量。室温冷浸 24 h后,超声波处理(功率 110 W,频率 33 kHz) 10 min,放冷,补足甲醇至原称定重量,摇匀,静置。精密量取上清液 2 mL,挥去甲醇,残渣用 2 mL水定量移入已处理好的大孔吸附树脂柱中,依上法测定。

3 提取方法与结果

3.1 提取方法:三七总皂苷可溶于水和乙醇,但考虑三七中含有大量淀粉,不宜采用水或低浓度乙醇,以免糊化;为此,选择 55%~95%乙醇作为提取溶剂,采用以下 3种提取方法:

3.1.1 渗漉法:将三七粉碎成粗粉(20~40目),照流浸膏剂与浸膏剂项下的渗漉法(中国药典 1995年版一部附录 10),用溶媒浸渍 24 h后,以每公斤每分钟 1~3 mL速度缓缓渗漉,收集相当于三七选定倍量的渗漉液即得。

3.1.2 浸渍法:将三七粉碎成粗粉(20~40目),用选定倍量的溶媒浸渍 24 h,时时摇动(室温 25 $^{\circ}$ C),滤过,收集滤液即得。

3.1.3 水煎醇沉法:将三七粉碎成粗粉(20~40目),用 10倍量、5倍量的水煎煮两次(分别煎煮 60、30 min,保持微沸),冷却后,离心分离,合并上清液,浓缩至 1倍量体积。加入选定倍量的不同浓度乙醇,搅拌,静置,待沉降完全后,离心,取上清液,并加适量水至总量为选定倍量。

3.2 正交试验方法^[5]:在对溶媒和提取方法初步选择后,选定乙醇浓度、提取方法和乙醇用量作为考察的 3个因素,每个因素各取三个水平(见表 1)。采用 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验,以提取液中三七总皂苷的含量为考察指标,结果见表 2。对表 2结果进行统计

学处理,得方差分析(表 3)。

表 1 试验因素水平表

因素	A	B	C
水平	乙醇浓度(%)	提取方法	乙醇倍量
1	55	渗漉法	8
2	75	浸渍法	10
3	95	水煎醇沉法	12

表 2 正交试验方案和结果

试验	A	B	C	三七总皂苷
号码				含量(%)
1	1	1	1	2.92
2	1	2	2	2.26
3	1	3	3	1.42
4	2	1	2	3.38
5	2	2	3	2.33
6	2	3	1	1.48
7	3	1	3	2.27
8	3	2	1	1.53
9	3	3	2	1.39
K_1	6.60	8.57	5.93	
K_2	7.17	6.12	7.03	
K_3	5.19	4.29	6.02	
k_1	2.20	2.86	1.98	
k_2	2.40	2.04	2.34	
k_3	1.73	1.43	2.01	
R	0.67	1.43	0.35	

表 3 方差分析表

方差来源	方差平方和	自由度	均方	F值	显著性(P)
A	0.701	2	0.351	9.24	<0.01
B	3.071	2	1.536	40.42	<0.05
C	0.245	2	0.123	3.24	
误差	0.076	2	0.038		

3.3 结果分析:表 3结果说明各因素对提取效果的影响程度依次为 B>A>C。B、A二项因素均有显著性差异,影响最大的是提取方法 B($P < 0.05$);其次为乙醇浓度 A($P < 0.01$);而乙醇用量 C在所考察的范围内则影响很小。因此,各因素的最佳水平组合为 $A_2B_3C_2$ 。

4 小结与讨论

4.1 根据试验结果,最终确定三七提取工艺如下:将三七粉碎成粗粉(20~40目),照流浸膏剂与浸膏剂项下的渗漉法(中国药典 1995年版一部附录 10),用 75%乙醇作溶媒浸渍 24 h以后,以每公斤每分钟 1~3 mL速度缓缓渗漉,收集相当于三七 10倍量的渗漉液即得。

4.2 继续收集漉液,蒸干,依法测定,结果未测得三七总皂苷。另取三七药材经本法测定,其三七总皂苷含量为 5.87%,用本文选用的工艺(10倍量)提取的渗漉液经测定其三七总皂苷含量为 5.6 mg/mL,提取率为 95.9%,可认为已基本提尽。说明本文选用

的制备工艺是完全可行的,并具有简便、实用和经济科学的特点

4.3 将渗漉法、冷浸法及水煎醇沉法所得的提取液,用薄层法鉴别表明,人参皂苷 R_{g1} 、三七皂苷 R_1 的斑点在 3 种提取法中均以渗漉法最浓;水煎醇沉法各斑点最淡,经测定其三七总皂苷含量仅为渗漉法的一半左右,与正交试验结果一致。

4.4 三七药材商品规格繁多,不同规格其三七总皂苷含量差别较大。本文随机抽查 3 批市售三七,含量分别为 6.71%、5.87% 和 3.64%。故投料时应把握

生药质量关

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典(上册)[M]. 上海:上海人民出版社,1977.
- [2] 郝朝庆,杨帆. 三七总皂苷的抗炎作用[J]. 中国药理学报, 1986, 7(3): 252-255.
- [3] 雷伟亚,史栓桃,余恩畅. 三七有效成分“皂苷 E”对中枢神经系统的抑制作用[J]. 中草药, 1986, 17(1): 15-18.
- [4] 章观德. 吸附树脂法测定三七及其制剂冠心宁总皂苷[J]. 中草药, 1981, 12(11): 23-25.
- [5] 邓勃. 数理统计方法在分析测试中的应用[M]. 北京:化学工业出版社,1984.

正交试验法优选益心酮滴丸制备工艺

张志华,赵新华,孟庆军
(天津市第六中药厂,天津 300401)

摘要:目的 考察影响益心酮滴丸制备因素。方法 正交试验法 $L_9(3^4)$ 优选制备条件。结果 优选出益心酮滴丸的制备工艺,重复试验结果满意。结论 所选工艺制备的成品各项指标均符合规定。

关键词: 益心酮滴丸;制备工艺;正交试验

中图分类号: TQ461 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)01-0028-02

Optimization of processing technology of YIXINTONG DROPLET by orthogonal experimental design

ZHANG Zhi-hua, ZHAO Xin-hua, MENG Qing-jun

(Tianjin No. 6 TCM Factory, Tianjin 300401, China)

Key words YIXINTONG DROPLET; processing technology; orthogonal experimental design

益心酮系山楂 *Crataegus pinnatifida* Bunge 树叶内的总黄酮组分,认为对治疗冠心病有较好的疗效。本方选自我国部颁《药品标准》中药成方制剂的“益心酮片”,功能为活血化瘀、宣通心脉、理气疏络,用于胸闷憋气、心悸健忘、眩晕、耳鸣及冠心病、心绞痛、高血脂症和脑动脉供血不足。为了使其达到治疗速效的目的,我们采用固体分散技术,研制了益心酮滴丸新剂型,现介绍如下:

1 材料与设备

1.1 实验材料:山楂叶总黄酮(自制,过 100 目筛),聚乙二醇-6000(上海市高南化工厂生产,批号 980515),聚乙二醇-10000(日本进口,天津市医药公司开发区化学试剂分公司分装,批号 93530)。

1.2 设备:本厂自制滴丸机;岛津 LIBRO R AEG-

220G 电子天平;BJ-2 崩解仪(天津第四光学仪器厂)。

2 实验与结果

2.1 正交试验设计:已报道^[1]影响滴丸制备的因素除药物本身外,还有基质、冷却剂、滴口内外径、药液温度、滴距和滴速等。根据我厂生产滴丸多年的经验,着重考察了基质的配比、药液温度、冷却剂温度及滴速四因素的影响,拟定了 $L_9(3^4)$ 试验,表头设计见表 1。

2.2 方法及结果:据表 1 按正交表 $L_9(3^4)$ 安排 9 次实验。将基质置水浴上熔化后加入规定比例的山楂叶总黄酮提取物混匀,以液体石蜡为冷却剂,滴制成丸,吸除其表面冷却剂即得实验样品。按照药典方法测定每次试验样品的溶散时限,任取 20 粒称重,求出变异

收稿日期:2000-05-18

作者简介:张志华(1968-),女,河南省人,制药工程师,执业中药师。1990年毕业于中国药科大学中药系,理学学士学位。现在天津市第六中药厂从事中药新产品的研制与开发。