

表 2 不同粒度实验结果 (%)			
项目	粒度		
	粗	中	细
C*	10. 7974	11. 2012	10. 9623
α	3. 00	3. 11	3. 05

表 3 不同提取方法实验结果 (%)			
项目	方式		
	静置	超声波震荡	抽真空
C*	7. 387	9. 018	12. 362
α	2. 2161	2. 7054	3. 7086

表 4 热浸实验结果 (%)				
1	2	3	C*	α
0. 86	0. 44	0. 27	0. 523	0. 942

2 结果分析

2.1 从表 1和图 1可以看出,不同 pH值的浸出液中总生物碱含量,以 pH值为 3. 0左右为最高,各值下浸出 5 d后,总碱浸出量增加趋缓 故应及时置换新酸水以促进浸出。

2.2 表 2的数据表明,粗、中、细不同粒度中以中等粒度豆粉浸出的生物碱总量为最高

2.3 表 3的数据显示,超声波振荡生物碱浸出效果比静置略好,而保持负压浸出效果最好。

2. 4 从图 2能够发现,冷浸出液以氧化苦参碱含量为主,与大多数文献报道数据较为符合,而热浸出液以苦参碱和槐果碱含量为主,有可能是热煮使氧化型碱转化为相应的非氧化型碱。

3 结论

3. 1 室温下 120 r/min摇床摇动苦豆粉稀盐酸水浸出生物碱以中粒度、pH3. 0左右效果最好。

3. 2 室温下,不同方式水浸取中粒度苦豆粉中生物碱的效果比较,摇床摇动较静置为好,超声波振动更好,负压下最好。

3. 3 单一方式生物碱浸出率最高为 3. 7086% (中粒度、自来水、保持负压),收率仅为 46%,不到一半,优化条件: 中粒度、pH3. 0稀酸水、保持负压同时搅拌,若再能及时将浸出的生物碱移出,如采取离子交换树脂吸附与浸出过程耦合进行,则有可能大大提高收率与浸出速度

参考文献:

[1] 仲仁山. 苦豆子的研究及其应用 [M]. 银川: 宁夏人民出版社, 1983.
[2] 肖崇厚. 中药化学 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1997.
[3] 赵博光,严照金,杨 绪,等. 苦豆草生物碱甲苯提取分离生产工艺的研究 [J]. 中草药, 1980, 11(8): 350-352

均匀设计法优化黄芩提取工艺

李 展,高微微,林文卫,陈迪华*

(中国医学科学院中国协和医科大学药用植物研究所,北京 100094)

摘 要: 目的 以黄芩苷为主要质量控制指标,优化出黄芩水提的最佳工艺。方法 利用计算机软件“均匀设计回归分析及优化系统”。结果 最佳工艺为提取 3次,每次 100 mL水,提取 30 min 结论 计算机软件“均匀设计回归分析及优化系统”是优化中药提取工艺的一个非常有效的工具。

关键词: 黄芩;黄芩苷;均匀设计法

中图分类号: R927. 2 TQ461 文献标识码: B 文章编号: 0253- 2670(2001) 07- 0606- 02

Optimization of extract processing of *Scutellaria baicalensis* by using computer software “uniform design”

LI Zhan; GAO Wei-wei; LIN Wen-wei; CHEN Di-hua

(Institute of Medicinal Plant Development, Chinese Academy of Medical Sciences and Peking Union Medical College, Beijing 100094, China)

Key words *Scutellaria baicalensis* Georgi; baicalin; homogenized design

黄芩是唇形科黄芩属黄芩 *Scutellaria baicalen- sis* Georgi 的干燥根。现广泛用于肺热、咯血、肠炎、

痢疾、黄疸、高血压及化脓性感染等症。我们经试验发现黄芩水提物在较低的浓度下 (6. 25 mg /mL)对

* 收稿日期: 2000-07-02
基金项目: 国家“九·五”攻关项目 (99-009-02-03)

鸡致病性大肠杆菌和猪致病性大肠杆菌有抑菌效果^[1]。黄芩苷是黄芩的主要有效成分之一,是黄芩及其制剂的主要质量控制指标成分。

为了更好的利用黄芩,提高黄芩苷的收率,本文采用了均匀设计法^[2]进行黄芩提取工艺研究,考虑到提取次数、加水量和提取时间对收率都有影响,进行了最佳条件的研究

1 材料和仪器

标准品:黄芩苷(购自中国药品生物制品检定所),黄芩购自北京市海淀医药经营公司

仪器:岛津双波长飞点扫描仪 CS-9000

2 实验方法

2.1 实验安排:用均匀设计法,考察三个因素即提取次数(X_1)、加水量(X_2)和提取时间(X_3)对黄芩苷收率的影响,做10个样本,每个样本精密称取已过40日筛烘干至恒重的黄芩粉末(10 ± 0.05)g且重复3次。提取次数设3个水平,为2~4;加水量设10个水平,为30 mL~120 mL;提取时间设10个水平,为30 min~120 min。计算机给出实验方案,见表1

表1 实验方案

样本	提取次数	水量 (mL)	提取时间 (min)	收率 (%)
1	2	70	90	6.49
2	2	120	50	7.56
3	2	60	120	6.78
4	2	110	80	7.17
5	3	50	40	8.14
6	3	100	110	8.93
7	3	40	70	8.39
8	4	90	30	9.39
9	4	30	100	7.36
10	4	80	60	9.41

2.2 含量测定方法^[3]:对照品溶液的制备:精密称取黄芩苷标准品一定量,加甲醇制成每1 mL含0.3 mg的溶液

供试品溶液的制备:将每个样本水提液合并,适当稀释至一定量作为供试品溶液。

吸附剂:聚酰胺薄膜,展开剂:乙酸乙酯-丙酮-

甲酸(8:1:1),扫描条件:双波长反射法锯齿扫描, $\lambda_s=278$ nm, $\lambda_R=370$ nm,狭缝1.2 mm $\times$ 1.2 mm

线性关系的考察:精密吸取对照品溶液0.5,1,2,3,4 μ L,点于同一聚酰胺薄膜上,按上述条件展开,在紫外灯下定位,将薄膜置于扫描仪中扫描测定。以对照品量为横坐标,斑点面积为纵坐标作图,得一直线,回归方程为: $Y=11.668X+120$, $r=0.998$

样品测定:精密吸取对照品溶液和供试品溶液各2 μ L,点于同一聚酰胺薄膜上,按上述条件展开,扫描,内标法定量,计算提取液中黄芩苷的含量

3 结果与讨论

3.1 根据计算机给出的实验方案进行实验,所得结果见表1

将数据输入计算机进行多元回归处理,得回归方程: $Y=6.6862+6.4092X_1+0.5526X_2-0.0041X_3-0.8992X_1X_1-0.0247X_2X_2$,置信度 $\alpha=0.98(<0.95)$,表示该方程显著

3.2 通过回归方程可知 X_3 (即提取时间)对收率影响最小,考虑到工艺的生产成本,确定提取时间为30 min

根据回归方程分布趋势图 $Y(X_1, X_2)X_3=30$,选择的优化条件为 $X_1=3$ 次, $X_2=100$ mL, $X_3=30$ min,根据回归方程进行优化分析得到的最大收率为9.70%,其置信区间为(8.75, 10.66),在此条件下实验,与预测结果相符。

3.3 均匀设计让试验点在试验范围内均匀分布,与正交设计相比,减少了试验次数。我们的实验结果表明该方法方便、实用、预测性强,是优化中草药提取工艺的一个非常有效的工具

参考文献:

- [1] 高微微,李展,林文卫,等.中药提取物的抑菌试验[J].中国饲料,1999,12:12
- [2] 沈阳药科大学,北京恩地医药科技咨询开发公司.均匀设计回归分析及优化系统,版本3.00,1994:1
- [3] 王宝琴主编.中成药质量标与标准物质研究[M].北京:中国医药科技出版社,1994.

(上接第594页)

数据与文献^[3]中2',6'-二羟基-4'-甲氧基查尔酮相符合。确定V为2',6'-二羟基-4'-甲氧基查尔酮

化合物VI:白色粉末,其薄层层析的 R_f 值和斑点与胡萝卜苷对照品相同,故确定VI为胡萝卜苷。

致谢:本所仪器分析室测试全部光谱。

参考文献:

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会.中国植物志.31卷[M].北京:科学出版社,1984:261.

- [2] 中国药材公司编著.中国中药资源志要[M].北京:科学出版社,1994:292-293.
- [3] Thaworn J, Sujin K, Orasa P, et al. Constituents of *Boesenbergia pandurata* (syn. *Kaempferia pandurata*): Isolation, crystal structure and synthesis of ($\pm$)-boesenbergin A [J]. Aust J Chem, 1982, 35: 351-361.
- [4] Hideji Itokawa, Matko Morita, Susumu Mihashi. Phenolic compounds from the rhizomes of *Alpinia speciosa* [J]. Phytochemistry, 1981, 20(11): 2503-2506.
- [5] Purusotam Basnet, Shigetoshi Kadota, Koji Hase, et al. Five new C-methyl flavonoids, the potent aldose reductase inhibitors from *Matteuccia orientalis* Trev [J]. Chem Pharm Bull, 1995, 43(9): 1558.