

## 微波提取丹参工艺研究

焦士龙<sup>1</sup>, 张泽英<sup>2</sup>, 褚治德<sup>1</sup>, 马一太<sup>1</sup>, 孟宪玲<sup>1</sup>, 朱晓薇<sup>3</sup>, 郭俊华<sup>3</sup>

(1. 天津大学机械工程学院, 天津 300072; 2. 天津大学图书馆, 天津 300072; 3. 天津中医学院, 天津 300193)

**摘要:**目的 进行丹参的微波提取工艺研究, 为提取丹参的工业化生产提供实验数据。方法 使用均匀设计法对丹参的微波提取工艺进行优化, 并与传统提取法进行比较。结果 微波法提取丹参素、原儿茶醛与丹参酮 I<sub>A</sub> 的量均超过传统回流法, 节省时间显著。结论 表明微波法提取丹参, 既充分利用了中药材资源又节省了能源。本实验研究为进行中试提供依据。

**关键词:** 丹参; 丹参素; 原儿茶醛; 丹参酮 I<sub>A</sub>; 微波提取; 均匀设计

**中图分类号:** R284.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 0253-2670(2005)11-1640-03

Microwave extracting technique of *Radix Salviae Miltiorrhizae*JIAO Shi-long<sup>1</sup>, ZHANG Ze-ying<sup>2</sup>, CHU Zhi-de<sup>1</sup>, MA Yi-tai<sup>1</sup>, MENG Xian-ling<sup>1</sup>,  
ZHU Xiao-wei<sup>3</sup>, GUO Jun-hua<sup>3</sup>

(1. College of Mechanical Engineering, Tianjin University, Tianjin 300072, China; 2. Library of Tianjin University, Tianjin 300072, China; 3. Tianjin College of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300193, China)

**Key words:** *Radix Salviae Miltiorrhizae*; Danshensu; protocatechualdehyde; tanshinone I<sub>A</sub>; microwave extraction; uniform design

丹参为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bunge 的干燥根及根茎, 具有祛瘀止痛、活血通经、清心除烦等功效<sup>[1]</sup>。其主要有效成分为水溶性酚性酸(丹参素和原儿茶醛)和脂溶性二萜醌类(丹参酮 I<sub>A</sub>)。丹参的传统回流提取方法操作步骤多, 溶剂消耗大, 时间长, 生产成本较高。本实验主要是进行丹参的微波提取工艺研究, 采用均匀设计法对丹参的微波提取工艺进行优化, 以丹参中脂溶性成分丹参酮 I<sub>A</sub> 和水溶性成分丹参素、原儿茶醛为指标成分, 高效液相色谱法测定微波提取丹参液与传统提取丹参液中的这 3 种指标成分, 从而进行微波提取法和传统提取法的比较, 初步探求微波提取丹参的较佳工艺条件, 为微波提取丹参的工业化生产提供实验数据。

## 1 仪器与材料

HP1100 高效液相色谱仪, G1311A 四元泵, G1322A 脱气机, G1316A 柱温箱, 1314A UV 可变波长检测器, HPLC 0501 化学工作站(美国惠普公司); JY1002 分析天平(上海精密科学仪器有限公司天平仪器厂); AX205 Mettler Toledo 分析天平(瑞士); SENCO-R 系列旋转蒸发仪(上海申生科技有限公司); 万能粉碎机(河北黄骅齐家务科学仪

器厂); MG-5530S 型家用微波炉(LG 电子天津电器生产有限公司); As3120A 型超声清洗器(奥特赛恩斯仪器有限公司)。

丹参药材由天津中医学院第一附属医院药厂提供, 经万能粉碎机粉碎; 乙腈、甲醇(色谱纯), 其他试剂均为分析纯; 超纯水(由 Millipore 超纯水净化系统净化处理制得); 丹参素、原儿茶醛、丹参酮 I<sub>A</sub> 对照品(中国药品生物制品检定所)。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 丹参酮 I<sub>A</sub>: Hypersil ODS (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水(75:25), 体积流量为 1.0 mL/min, 检测波长为 270 nm, 柱温为室温。

丹参素: Hypersil ODS (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-0.5% 醋酸水-乙腈(2.5:92.0:5.5), 体积流量为 1.0 mL/min, 检测波长为 281 nm, 柱温 25 °C。

原儿茶醛: Hypersil ODS (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-0.5% 醋酸水-乙腈(2.5:92.0:5.5), 体积流量为 1.0 mL/min, 检测波长为 281 nm, 柱温 25 °C。

2.2 对照品溶液的配制: 精密称取丹参酮 I<sub>A</sub>

收稿日期: 2005-01-08

基金项目: 天津市科技发展计划重点项目(033180611)

作者简介: 焦士龙(1961—), 男, 天津人, 天津理工大学热能系副教授, 在读博士生, 主要从事能源有效利用、传热传质理论、物料干燥机理及中药微波提取的研究工作。Tel: (022) 23688472

1.193 mg, 以甲醇稀释定容到 5 mL, 使质量浓度为 0.047 6 mg/mL, 作为母液, 取母液 2 mL, 以甲醇稀释定容到 10 mL, 使质量浓度为 9.52 μg/mL, 作为丹参酮 I<sub>A</sub> 对照品溶液。精密称取丹参素 1.23 mg, 以 1% 醋酸水稀释定容到 5 mL, 使质量浓度为 246 μg/mL, 作为丹参素对照品溶液。精密称取原儿茶醛 1.37 mg, 以 1% 醋酸水稀释定容到 5 mL, 使质量浓度为 0.274 mg/mL, 作为母液。取该母液 1 mL, 以 1% 醋酸水定容到 10 mL, 使质量浓度为 27.4 μg/mL, 作为原儿茶醛对照品溶液。

2.3 测定: 分别取各对照品溶液 2、4、6、8、10 μL, 进样测定。以峰面积(Y)为纵坐标, 进样量(X)为横坐标作图, 得丹参素的回归方程为  $Y = 629.817 X - 2.293$ , 线性范围: 1.257 ~ 6.296 μg, 相关系数  $r = 0.999 93$ 。原儿茶醛的回归方程为  $Y = 3 834.875 X - 9.203$ , 线性范围为 7.661 ~ 38.340 μg, 相关系数  $r = 0.999 86$ 。取滤液按外标法测定。丹参酮 I<sub>A</sub> 的定量方法按照《中国药典》2000 年版一部丹参项下方法进行。

### 3 丹参中有效成分提取

在本实验中, 微波法提取丹参与传统回流法提取实验分两套装置同时进行, 选用同批量的丹参, 采用不同提取方式, 提取后的药液经滤过, 将所得溶液同时进行高效液相色谱法测定丹参素、原儿茶醛和丹参酮 I<sub>A</sub>。

3.1 传统方法提取: 称取已粉碎的丹参药材 10 g, 加 95% 乙醇 6 mL, 回流提取 1.5 h, 滤过。取滤液置具塞三角瓶中, 测定。药渣加 70% 乙醇 40 mL, 回流提取 1.1 h, 滤过。取滤液置具塞三角瓶中, 测定。再将药渣加蒸馏水 80 mL, 回流提取两次, 每次 2 h, 滤过, 滤液合并后置具塞三角瓶中, 测定。重复 4 次, 结果丹参素、原儿茶醛、丹参酮 I<sub>A</sub> 的平均质量分数分别为 2.098、0.197、1.808 mg/g。

3.2 微波法提取: 称取已粉碎的丹参药材 10 g, 放入经改造的微波炉中进行微波回流提取, 按照与传统法相关条件先醇提, 然后药渣再水提。

3.2.1 丹参脂溶性指标成分提取: 对于丹参脂溶性成分的微波提取, 已有相关文献报道<sup>[2]</sup>。本实验经多次试验确定实验条件: 6 倍量 95% 乙醇提取 30 min, 微波功率 320 W, 所得丹参酮取平均值为 2.195 mg/g。高于传统方法中丹参酮平均值 1.808 mg/g。

3.2.2 丹参水溶性指标成分提取: 对于丹参水溶性成分的微波提取, 有文献认为丹参水溶性成分, 尤其

是丹参素和原儿茶醛的提取不宜采用微波法<sup>[3]</sup>。本实验采用均匀设计法探求微波提取丹参水溶性成分的较佳工艺。取提取水量、辐照时间、微波功率 3 个因素, 采用均匀设计 U<sub>3</sub>.0 软件中拟均匀设计表 U<sub>6</sub>(3×3×3), 实验方案及数据见表 1。

表 1 均匀设计微波萃取实验结果  
Table 1 Results of microwave extraction with uniform design

序号	提取水量 X <sub>1</sub> /倍	辐照时间 X <sub>2</sub> /min	微波功率 X <sub>3</sub> /W	丹参素 Y <sub>1</sub> / (mg·g <sup>-1</sup> )	原儿茶醛 Y <sub>2</sub> / (mg·g <sup>-1</sup> )
1	8	40	320	1.110 4	0.147 7
2	8	30	480	0.908 1	0.092 5
3	10	50	640	1.537 8	0.196 8
4	10	30	320	1.292 9	0.156 3
5	12	50	480	2.207 5	0.258 8
6	12	40	640	2.104 2	0.195 7

对以上 6 组均匀试验设计之测定结果进行数据分析, 对第 1 个因变量丹参素提取量 Y<sub>1</sub> 建立回归方程, 采用一次回归, 逐步回归法进行分析, 得回归方程  $Y_1 = 0.538 533 + 0.253 508 X_1 + 0.013 256 X_2$ , 复相关系数  $R = 0.985 6$ 。

对第 2 个因变量原儿茶醛提取量 Y<sub>2</sub> 建立回归方程, 采用一次回归, 逐步回归法进行分析, 得回归方程  $Y_2 = 0.143 066 + 0.021 725 X_1 + 0.003 970 X_2 + 0.000 121 X_3$ , 复相关系数  $R = 0.999 2$ 。

根据回归方程, 求出 Y<sub>1</sub>、Y<sub>2</sub> 的最优组合, 并在此基础上进一步对 Y<sub>1</sub>、Y<sub>2</sub> 进行综合分析, 得出综合最优组合: X<sub>1</sub> = 12 倍, X<sub>2</sub> = 50 min, X<sub>3</sub> = 320 W。

3.3 验证试验: 根据得出的最优组合重做上述试验结果列于表 2, 并与传统法进行比较。可知: 丹参素微波提取量大, 是传统法 1.146 倍, 提取时间是传统法的 1/2; 原儿茶醛微波提取量是传统法 1.23 倍, 提取时间是传统法的 1/2.4; 而丹参酮 I<sub>A</sub> 微波提取量是传统法 1.214 倍, 提取时间是传统法的 1/5.2。

表 2 传统提取法与微波提取法的比较  
Table 2 Comparison of two extracting methods

提取方法	丹参素		原儿茶醛		丹参酮 I <sub>A</sub>	
	提取量/ (mg·g <sup>-1</sup> )	提取时 间/min	提取量/ (mg·g <sup>-1</sup> )	提取时 间/min	提取量/ (mg·g <sup>-1</sup> )	提取时 间/min
传统法	2.098	120	0.197	120	1.808	156
微波法	2.405	60	0.242	60	2.195	30

### 4 讨论

通过均匀设计优选出小试设备上微波提取丹参素、原儿茶醛的优化条件为 12 倍量的水提取药渣两次, 每次 60 min, 微波功率 320 W 提取量分别为传统法的 1.297 倍和 1.26 倍。

使用微波法提取丹参素与原儿茶醛,提取时间分别为传统的 1/2。

用微波法提取丹参所得丹参素、原儿茶醛及丹参酮的量均高于传统提取法,说明中药材资源得到了充分地利用,而提取时间又大大缩短,因此可节省大量可观的能量。在国际能源价格上涨、世界能源资源危机的今天,节约能源意味着可以降低中药成本,有利于占领国内与国际市场。本实验研究为中试提

供了很好的依据。

References:

[1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.  
 [2] Chen L, Yang Y, Zhang X X, et al. Studies on the microwave-assisted extraction of efficacious ingredients in *Salvia miltiorrhiza* Bunge [J]. *Chem J Chin Univ* (高等学校化学学报), 2004, 25 (1): 35.  
 [3] Zhang D J, Liu C B, Xiu Z L, et al. Application of microwave technology to the extraction of active constituents in plants [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34 (9): S-vi.

### 正交试验法优选雀儿舌头提取工艺的研究

龙 跃<sup>1</sup>, 陈彦君<sup>1</sup>, 杜 坡<sup>1</sup>, 赵清治<sup>1</sup>, 潘 彦<sup>1</sup>, 张 旭<sup>2</sup>, 孙希孟<sup>1</sup>, 张宇虹<sup>1</sup>

(1. 郑州大学 化学系, 河南 郑州 450052; 2. 郑州大学医学院 生物教研室, 河南 郑州 450052)

摘 要:目的 优化雀儿舌头中抗癌活性成分的提取工艺。方法 选择乙醇体积分数、乙醇用量、加热温度作为因素,采用 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交表,以抗癌活性为指标进行正交优选。结果 最佳提取工艺为 25 ℃,加 8 倍量的 75%乙醇提取。结论 该优化的提取工艺抗癌活性高,稳定性好,适用于产业化。

关键词:雀儿舌头;提取工艺;正交试验

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2005)11-1642-02

#### Optimum extracting technology for *Leptopus chinensis* by orthogonal test

LONG Yue<sup>1</sup>, CHEN Yan-jun<sup>1</sup>, DU Po<sup>1</sup>, ZHAO Qin-zhi<sup>1</sup>, PAN Yan<sup>1</sup>, ZHANG Xu<sup>2</sup>, SUN Xi-meng<sup>1</sup>, ZHANG Yu-hong<sup>1</sup>

(1. Department of Chemistry, Zhengzhou University, Zhengzhou 450052, China; 2. Department of Biology, Medical College, Zhengzhou University, Zhengzhou 450052, China)

Key words: *Leptopus chinensis* (Bunge) Pojark; extracting technology; orthogonal test

雀儿舌头 *Leptopus chinensis* (Bunge) Pojark 系大戟科黑钩叶属植物,别名黑钩叶、草桂花、黄杨皮(湖北)、一叶秋(神农架),为一年生草本植物,广泛分布于吉林、湖北、河南、陕西、山西、甘肃、山东、湖北、四川、云南、西藏等地。其根性温,具有理气止痛,治疗胃病,腹泻下痢等作用。民间还用来治疗黄疸、胃炎、水肿等多种疾病<sup>[1,2]</sup>,在河南汝州甚至用它来治疗癌症。雀儿舌头的乙醇提取物和水提取物对食管癌 Eca-109 细胞株进行体外实验,观察到雀儿舌头提取物均有较强的肿瘤抑制作用<sup>[3~5]</sup>。为深入研究其药用价值,提高其提取工艺的科学性和合理性,本实验以雀儿舌头的乙醇提取物对肿瘤细胞的杀伤效能为指标,采用正交试验优选其最佳提取工艺,为生产提供科学依据。

#### 1 试剂与仪器

雀儿舌头药材由河南省禹州市外贸局提供,郑州大学药学院潘成学鉴定。试剂均为分析纯。实验所用食管癌 Eca-109 细胞株来自郑州大学医学院重点实验室。

电热恒温水浴锅(北京市西城区医疗器械厂), Rc-52-99 旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂), ZK-82A 型真空干燥箱(上海市实验仪器总厂),超净工作台(苏州净化设备工业公司),BH2-RFC-5 荧光显微镜(湖北众友科技实业有限公司),CO<sub>2</sub> 培养箱(日本三洋)。

#### 2 方法与结果

##### 2.1 提取方法的选择

2.1.1 水提取法:将药材粉碎,过 10 目筛,称取粗

收稿日期:2005-02-04

基金项目:河南省科委攻关项目(0224630011)

作者简介:龙 跃(1960—),男,湖南湘潭人,教授,硕士,1982 年毕业于湖南师范大学化学系,研究方向为有机合成和天然产物化学研究。E-mail: longyue@zzu.edu.cn