

- [2] Luo Y M, Pan J G, Ding K P, *et al.* Anticonvulsive constituents in the essential oil of Chaxiong (*Ligusticum sinensis* Oliv. cv. *chuanxiong*) [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1996, 27 (8): 456-457.
- [3] Tao J Y, Ruan Y P, Mei Q B, *et al.* Studies on the antiasthmatic effects of ligustilide of Danggui, *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1984, 19 (8): 561-563.
- [4] Yan S, Qiao G F, Liu Z F, *et al.* Effects of the oil of *Angelica sinensis* on the contractile function of isolated uterine smooth muscle of mice [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31 (8): 604-606.
- [5] Huang Y Z, Pu F D. Studies on the chemical components of the essential oil from the rhizome of *Ligusticum sinensis* (Oliv.) cv. *chuanxiong* Hort [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1988, 23 (6): 426-428.
- [6] Zhang J L, He X F, Zhou Z H. HPLC determination of five constituents in plants of Genus *Ligusticum* [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1996, 31 (8): 622-625.
- [7] Mao C J, Han X F, Zhou Z M. Determination of ligustilide in *Angelica sinensis* essential oil by GC-MS [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2002, 22 (4): 290-292.

正交设计优选金莲花的提取工艺

辛春兰¹, 潘海峰², 李守拙², 张素华¹

(1. 承德医学院附属医院, 河北 承德 067000; 2. 承德医学院中药研究所, 河北 承德 067000)

金莲花的有效成分为黄酮类化合物, 具有抗菌和抗病毒的作用, 其中含有较多的苾草苷和牡荆苷。民间有用金莲花沏水饮用的习俗, 有清咽润喉、清热解毒的功效。开发药食兼用的金莲花饮品, 可以为市场提供卫生、饮用方便和具有保健功能的产品。金莲花露的生产关键是金莲花的有效成分黄酮类化合物的提取。目前常用的提取溶剂有甲醇、乙醇或水^[1,2], 其具有抑菌作用的成分总黄酮类化合物均以金莲花的水提取液优于醇提取液^[3,4]。金莲花经过长时间的加热提取和浓缩, 总黄酮明显降低。为此本实验以水为提取溶剂、冰冻法对提取液进行浓缩, 采用正交试验设计优选最佳提取条件, 确定金莲花水提取液的生产工艺。

1 仪器与试剂

惠普 HP—8453 紫外可见分光光度计; 瑞士产梅特勒 AG—245 型电子分析天平。

金莲花购于承德市药材有限公司, 经承德医学院中药研究所李守拙高级工程师鉴定为短瓣金莲花 *Trollius ledebourii* Reichb. 的花; 苾草苷对照品(质量分数 98%) 购自 Sigma 公司; 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 因素水平的确立: 根据预试验, 选取加水量、提取时间、提取温度为考察因素, 设计 3 个水平, 见表 1。

2.2 金莲花总黄酮的提取: 精密称取金莲花 20 g, 依正交试验设计, 进行 9 组试验条件下的总黄酮提

表 1 因素水平

Table 1 Factors of levels

水平	因 素		
	A 加水量/倍	B 提取温度/℃	C 提取时间/min
1	20	60	15
2	30	80	30
3	35	100	60

取, 水浴控制温度, 以搅拌方式动态提取, 提取液经抽滤后冰冻浓缩, 离心除去冰渣及少量杂质。浓缩液加去离子水稀释至 3 000 mL, 作为储备液待测。

2.3 金莲花中总黄酮的测定

2.3.1 溶液的制备: 取金莲花储备液 1 mL 于 25 mL 量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 作为供试品溶液, 备用。另取苾草苷对照品 1.52 mg 于 10 mL 量瓶中, 加乙醇至刻度, 作为对照品溶液, 备用。

2.3.2 测定波长的选择: 将供试品溶液和对照品溶液分别在紫外可见分光光度计上进行光谱扫描。两者的紫外吸收光谱基本一致, 在 257、350 nm 处各有一最大吸收峰, 并且 350 nm 处产品中的其他成分的紫外吸收较小, 故选择检测波长为 350 nm。

2.3.3 样品测定: 精密吸取苾草苷对照品溶液 0.4、0.8、1.2、1.6、2.0、4.0 mL 分别置 25 mL 量瓶中, 加乙醇至刻度, 使混匀。按分光光度法, 在 350 nm 处测定吸光度。以吸光度为纵坐标, 质量浓度为横坐标, 进行线性回归。其回归方程为 $Y = 32.31X + 0.008468$, $r = 0.9999$ 。取供试品溶液依法在 350 nm 处测定吸光度, 代入回归方程, 计算金莲花

中总黄酮提取率(总黄酮提取率=总黄酮质量/金莲花质量 $\times 100\%$)。

2.4 正交试验结果及方差分析:结果见表2,方差分析见表3。

表2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test

试验号	A	B	C	D(空白)	总黄酮提取率/%
1	1	1	1	1	2.20
2	1	2	2	2	5.31
3	1	3	3	3	5.60
4	2	1	2	3	4.24
5	2	2	3	1	5.68
6	2	3	1	2	5.83
7	3	1	3	2	3.53
8	3	2	1	3	5.07
9	3	3	2	1	6.41
K_1	13.11	9.97	13.10	14.29	
K_2	15.75	16.06	15.96	14.67	
K_3	15.01	17.84	14.81	14.91	
R	2.64	7.78	2.86	0.62	

表3 方差分析结果

Table 3 Results of variance analysis

方差来源	离均差平方和	自由度	均方	F值	显著性
A	1.24	2	0.62	17.71	
B	11.35	2	5.68	162.14	$P<0.01$
C	1.38	2	0.69	19.71	$P<0.05$
D(误差)	0.07	2	0.035		

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

从直观分析可知,极差最大的为B因素,其次为C因素和A因素。说明B因素即温度的改变对金莲花总黄酮的提取影响最大,其次为提取时间和加

水量。由于金莲花为花类药材,其体积较大,相对用水量较大才能浸泡完全。根据正交试验结果,提取工艺最佳组合条件为 $A_2B_3C_2$,即提取溶剂为金莲花药材的30倍量,提取温度为 100°C ,提取时间为30 min。

2.5 验证试验:按优选的最佳提取工艺制备4批样品,测定样品中总黄酮,结果提取出的总黄酮吸光度最高,药材中总黄酮提取率平均高达6.49%。

3 讨论

金莲花除主要含有黄酮类化合物以外,还含有挥发油成分,长时间加热包括提取和浓缩时的加热,将不利于这些成分的稳定^[5]。试验也证明,即 100°C 提取时间为60 min时的总黄酮提取率比提取30 min低11.03%。

References:

- [1] Li Y L. Antiviral activities of flavonoids and organic acid from *Trollius chinensis* Bunge [J]. *J Ethnopharmacol*, 2002, 79: 356-368.
- [2] Gao Y, Li W M, Wu S H, et al. Comparative application of uniform design and orthogonal design on study of extractive technology of *Trollius chinensis* Bunge [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form* (中国实验方剂学杂志), 2002, 8 (1): 1-3.
- [3] Su L J, Liu L J. Comprehensive study on the different sections of *Trollius macropetalus* Fr. Schmidt [J]. *Inf Tradit Chin Med* (中医药信息), 1996 (2): 49-50.
- [4] Bai Y E, Qi X M, Gao Y L. Determination of the content of total flavonoids [J]. *J Shanxi Med Univ* (山西医科大学学报), 2000, 31 (6): 502-504.
- [5] Feng X F. Analysis on compositions of the volatile oil in *Trollius chinensis* Bunge [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1998, 29 (9): 587-588.

板蓝根水提物的 HPLC 指纹图谱

赵艳玲^{1,2}, 曹琳^{1,3}, 王伽伯^{1,3}, 金城¹, 肖小河^{1*}

(1. 解放军第三〇二医院, 北京 100039; 2. 军事医学科学院, 北京 100850; 3. 成都中医药大学, 四川 成都 610075)

板蓝根来源于十字花科植物菘蓝 *Isatis indigotica* Fort. 的干燥根,是常用中药,具有清热解毒、凉血利咽的功效,广泛应用于流行性腮腺炎、流行性乙型脑炎、流行性感冒、乙肝等病毒性疾病的防治。现代药理研究表明板蓝根具有抗菌、抗病毒、抗内毒素、调节免疫等作用^[1]。板蓝根中有效成分有靛蓝、靛玉红^[2]、喹唑酮^[3]、水杨酸^[4]、氨基酸^[5]等,

但这些成分或不溶于水、或量太低、或无特异性作用,作为板蓝根质量控制指标均不合适。本实验建立板蓝根水提物的指纹图谱条件,旨在为板蓝根的质量控制提供依据和方法。

1 仪器和材料

Agilent 1100 型高效液相色谱仪,包括四元泵、在线脱气机、手动进样器、DAD 检测器;旋转蒸发

收稿日期:2005-05-06

基金项目:国家自然科学基金资助项目(30371724);国家中医药管理局基金资助项目(04-05ZP70)

作者简介:赵艳玲(1965—),女,河北饶阳人,副主任药师,军事医学科学院在读博士,研究方向为中药化学与中药药理。

*通讯作者 肖小河 Tel: (010) 65933322 E-mail: pharmacy302@sohu.com.cn