

- cation progress of mulberry leaves [J]. *J Chem Ind Forest Prod* (林产化工通讯), 2003, 137: 22-25.
- [3] Asano N, Tomioka E, Kizu H, et al. Sugars with nitrogen in the ring isolated from the leaves of *Morus bom bycis* [J]. *Carbohydr Res*, 1994, 253: 235.
- [4] Kfmura M, Chen F. Antihyperglycemic effects of *N*-containing sugars derived from mulberry leaves in streptozoc induced diabetic mice [J]. *Wakanlyakugaku Zasshi* 1995, 12 (1): 214-219.
- [5] Jin-Won K. Determination of seasonal change of 1-deoxynojirimycin content in *Morus abla* leaves [J]. *Am Soc Plant Biol*, 2001, 39.
- [6] Jiang Y T, Chen J Y, Liu K. HPLC-ELSD Determination of 1-deoxynojirimycin in mulberry leaves [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2005, 25(1): 27-29.
- [7] Asano N. *N*-Alkylated nitrogen-in-the-ring sugars, conformational basis of inhibition of glycosidases and HIV-1 replication [J]. *J Med Chem*, 1995, 38(13): 2349-2356.

正交试验优选垂盆草的提取工艺研究

李群力¹, 蒋晓萌^{2*}, 许玲玲¹, 麻佳蕾¹

(1. 金华学院医学院, 浙江 金华 321007; 2. 天津尖峰天然产物研究开发有限公司, 天津 300457)

垂盆草系景天科植物垂盆草 *Sedum sarmentosum* Bunge 的新鲜或干燥的全草, 味甘、淡、性凉, 具有清热解毒、利尿消肿、排脓生肌之效。垂盆草主要含有糖类、黄酮类^[1]、生物碱类^[2]、甾苷类成分^[3]。垂盆草具有抑制炎症渗出, 减少肝细胞损伤的作用, 能显著降低肝炎患者血清谷丙转氨酶^[4~6], 临床广泛用于急性肝炎、迁移性肝炎及慢性肝炎活动期的治疗。目前临床应用的垂盆草制剂如冲剂、颗粒剂、片剂等中有效成分的量差别很大^[7,8]。因此本实验考察了垂盆草的提取工艺, 以异鼠李素为指标, 采用正交试验法优选最佳提取工艺, 提高其提取率。

1 材料与仪器

垂盆草药材由杭州惠远实业有限公司提供, 批号 060331, 吴远文鉴定为垂盆草 *S. sarmentosum* Bunge 干燥的全草, 乙醇(化学纯), 甲醇、磷酸(分析纯), 异鼠李素对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 110860-200407)。

1004 型电子天平(上海天平仪器厂), 高速药材粉碎机(浙江金华华盛实业有限公司), BC-R501 旋转蒸发器(上海贝凯生物化工设备有限公司), Waters2487 高效液相色谱仪, 附有 2487 紫外分光检测器, Breeze 色谱工作站, 20 μ L 自动进样阀。

2 方法与结果

2.1 样品中异鼠李素的 HPLC 法测定^[9]

2.1.1 色谱条件: Diamonsil C₁₈ (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m); 流动相为甲醇-0.4%磷酸(55:45); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 360 nm; 灵敏度:

0.5 AUFS; 进样体积: 20 μ L。理论塔板数以异鼠李素计不低于 5 000。

2.1.2 对照品溶液的制备: 精密称取异鼠李素对照品约 14.1 mg, 置于 250 mL 量瓶中, 加甲醇溶解, 并加至刻度, 摇匀, 备用, 作为储备液。精密吸取储备液 6 mL, 置于 25 mL 量瓶中, 用流动相稀释成 13.5 μ g/mL 的异鼠李素对照品溶液。

2.1.3 供试品溶液的制备: 精密称取 0.4 g 干浸膏, 加入甲醇 20 mL 和 50% 盐酸 5 mL, 加热回流 1.5 h, 滤过, 滤液以 0.45 μ m 微孔滤膜滤过, 置 50 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并加至刻度, 即得。

2.1.4 标准曲线的制备: 精密量取异鼠李素对照品储备液, 用流动相稀释为 2.82、5.64、11.28、14.10、22.56、28.20 μ g/mL 溶液, 分别进样 20 μ L, 测定。以峰面积对质量浓度绘制标准曲线, 回归得回归方程 $Y = 862.034 X - 245.120$, $r = 0.9998$, 结果表明异鼠李素在 2.82~28.20 μ g/mL 线性关系良好。

2.1.5 测定: 分别精密吸取异鼠李素对照品溶液和供试品溶液各 20 μ L, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 按外标法计算, 即得。

2.2 提取溶剂的选择: 垂盆草中包括水溶性和脂溶性的有效成分^[8], 故提取溶剂以一定体积分数的乙醇较宜。

2.3 因素水平的选择: 天然药物有效成分提取中, 提取时间、溶剂倍量和提取次数是决定提取率的重要因素。在单因素筛选的基础上, 试验拟按 4 个因素 3 个水平安排, 见表 1。

收稿日期: 2006-12-18

作者简介: 李群力(1969—), 女, 副教授, 从事药理学教学与研究。Tel: (0579) 2232802 E-mail: zjliql@yahoo.com.cn

* 通讯作者 蒋晓萌(1964—), 男, 硕士, 高级工程师, 享受国务院特殊津贴专家, 从事药理学研究。

表 1 因素水平

Table 1 Factors and levels

水平	因 素			
	A 提取 溶剂	B 溶剂 倍量/倍	C 提取 时间/h	D 提取 次数/次
1	50%乙醇	10	1.5	1
2	70%乙醇	7	2	2
3	90%乙醇	4	2.5	3

2.4 正交试验设计:按照 $L_9(3^4)$ 正交试验安排试验,取垂盆草 100 g,粉碎过 60 目筛,量取溶剂,与药材混合,回流提取,滤过,合并滤液,减压浓缩,水浴成膏,减压干燥,即得样品,称定质量。并测定样品中异鼠李素的质量分数,结果见表 2,方差分析见表 3。

表 2 $L_9(3^4)$ 正交试验设计的结果Table 2 Results of $L_9(3^4)$ orthogonal test

试验号	A	B	C	D	浸膏/g	异鼠李素/%
1	1	1	1	1	20.5	0.059
2	1	2	2	2	21.2	0.057
3	1	3	3	3	10.3	0.058
4	2	1	2	3	22.1	0.149
5	2	2	3	1	13.5	0.156
6	2	3	1	2	25.5	0.155
7	3	1	3	2	10.2	0.060
8	3	2	1	3	19.5	0.065
9	3	3	2	1	13.3	0.063
异 I	0.058 0 0.089 3	0.093 0 0.092 7				
鼠 I	0.153 3 0.092 7	0.089 7 0.090 7				
李 II	0.062 7 0.092 0	0.091 3 0.090 7				
素 R	0.095 3 0.003 4	0.003 3 0.002 0				

表 3 方差分析

Table 3 Analysis of variance

方差来源	离差平方和	自由度	方差(MS)	F 值	显著性
A	0.017 407	2	0.008 703	207.222 2	$P < 0.01$
B	0.000 095	2	0.000 047	1.127 0	
C	0.000 093	2	0.000 046	1.103 2	
D(误差)	0.000 084	2	0.000 042		

$$F_{0.05}(2,2)=19.00 \quad F_{0.01}(2,2)=99.00$$

方差分析表明,因素 A 对试验结果有较显著的影响,因素 B、C、D 对结果无显著影响,最佳条件为 $A_2B_2C_1D_1$,即 70%乙醇,溶剂倍量为 7 倍,加热回流 1.5 h,提取 1 次为宜。

2.5 验证试验:对最佳工艺搭配 $A_2B_2C_1D_1$ 进行 3 次验证试验,结果浸膏分别为 23.6、25.5、23.9 g,异鼠李素的质量分数分别为 0.152 6%、0.149 8%、0.150 6%。

3 讨论

本工艺中曾考虑用垂盆草苷为指标成分,但垂盆草苷非常不稳定,考虑到工艺的重现性和稳定性,因此指标成分改为异鼠李素。

本实验为垂盆草有效成分的提取提供了最佳工艺条件,并且在提取溶剂上进行了改进,结果表明,较文献报道^[8],本工艺稳定,切实可行,且所得有效成分的量显著提高。

References:

- [1] Hyuncheol O H, Kang D G, Kwon J W, et al. Isolation of angiotensin converting enzyme (ACE) inhibitory flavonoids from *Sedum sarmentosum* [J]. *Biol Pharm Bull*, 2004, 27 (12): 2035-2037.
- [2] Kim J H, Hart H T, Stenvens J F. Alkaloids of some Asian *Sedum* species [J]. *Phytochemistry*, 1996, 41 (5): 1319-1324.
- [3] Fang S D, Yan X Q, Li J F, et al. Isolation, structural identification of the effective component sarmentosin [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1979(9): 431.
- [4] Guo J, Shi W X. Studies on the mechanism of decreasing the glutamic pyruvic transaminase (GPT) with herba *Sedum sarmentosum* Bunge [J]. *Shanghai J Chin Mater Med* (上海中医药杂志), 1991(4): 47-49.
- [5] Fang R Y, Shi Z Y. Observation of antitoxic action of ten species of Chinese medicine in the primary culture of rat hepatocytes [J]. *Chin J Mod Appl Pharm* (现代应用药学), 1995, 12(1): 5.
- [6] Xue J Y, Wei H L, Liu G T, et al. Protective effects of *Sedum sarmentosum* Bunge on liver injury caused by lipid peroxidation in mice and rats [J]. *Chin J Integr Tradit West Med Liver Dis* (中西医结合肝病杂志), 1993, 3(1): 14.
- [7] Su Z H, Hua H M. Advances on research of the chemical constituents and pharmacological effects of *Herba Sedi* (*Sedum sarmentosum* Bunge) [J]. *Res Inf Tradit Chin Med* (中药研究与信息), 2005, 7(8): 19-20.
- [8] Lai R S, Pan J H. Determination of sarmentosin from *Sedum sarmentosum* Bunge and pharmacological studies [J]. *Chin Arch Tradit Chin Med* (中医药学报), 2003, 21(8): 1306-1307.
- [9] Wang L S, Zhu S H, Xu X F. Determination of quercetin and isorhamnetin in *Oenanthe javanica* by HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35(9): 1061-1062.

敬告读者

《中草药》杂志编辑部尚存部分过刊合订本,包括:1974-1975 年、1976 年、1979 年、1985-1994 年(80 元/年),1995-1997 年(110 元/年)、1998 年(120 元/年)、1999 年(135 元/年)、2000 年(180 元/年)、2001-2003 年(200 元/年)、2004 年(220 元/年)、2005 年(260 元/年)、2006 年(280 元/年)。1996 年增刊(50 元)、1997 年增刊(45 元)、1998 年增刊(55 元)、1999 年增刊(70 元)、2000 年增刊(70 元)、2001 年增刊(70 元)、2002 年增刊(65 元)、2003 年增刊(65 元)、2004 年增刊(65 元)、2005 年增刊(65 元)、2006 年增刊(65 元)。欢迎订购。订购者请直接与《中草药》杂志编辑部联系。

电话:(022) 27474913 23006821

传真:(022) 23006821

E-mail: zcyzbbj@tjpr.com

正交试验优选垂盆草的提取工艺研究

作者：[李群力](#)，[蒋晓萌](#)，[许玲玲](#)，[麻佳蕾](#)
作者单位：[李群力, 许玲玲, 麻佳蕾 \(金华学院医学院, 浙江, 金华, 321007\)](#)，[蒋晓萌 \(天津尖峰天然产物研究开发有限公司, 天津, 300457\)](#)
刊名：[中草药](#) **ISTIC** **PKU**
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2007, 38(6)

参考文献(9条)

1. [Hyuncheol O H;Kang D G;Kwon J W](#) [Isolation of angiotensin converting enzyme \(ACE\) inhibitory flavonoids from Sedum sarmentosum](#)[外文期刊] 2004(12)
2. [Kim J H;Hart H T;Stenvens J F](#) [Alkaloids of some Asian Sedum species](#)[外文期刊] 1996(05)
3. [Fang S D;Yan X Q;Li J F](#) [Isolation, structural identification of the effective component sarmentosin](#) 1979(09)
4. [Guo J;Shi W X](#) [Studies on the mechanism of decreasing the glut amic pyruvic transaminase \(GPT\) with herba Sedum sarmentosum Bunge](#) 1991(04)
5. [Fang R Y;Shi Z Y](#) [Observation of antitoxic action of ten species of Chinese medicine in the primary culture of rat hepatocytes](#)[期刊论文]-[现代应用药学](#) 1995(01)
6. [Xue J Y;Wei H L;Liu G T](#) [Protective effects of Sedum sarmentosum Bunge on liver injury caused by lipid peroxidation in mice and rats](#) 1993(01)
7. [Su Z H;Hua H M](#) [Advances on research of the chemical constituents and pharmacological effects of Herba Sedi \(Sedum sarmentosum Bunge\)](#)[期刊论文]-[中药研究与信息](#) 2005(08)
8. [Lai R S;Pan J H](#) [Determination of sarmentosin from Sedum sarmentosum Bunge and pharmacological studies](#)[期刊论文]-[中医药学刊](#) 2003(08)
9. [Wang L S;Zhu S H;Xu X F](#) [Determination of quercetin and isorhamnetin in Oenanthe javanica by HPLC](#) [期刊论文]-[中草药](#) 2004(09)

本文读者也读过(4条)

1. [林以宁](#), [赵浩如](#), [刘康](#), [汪柯岩](#) [垂盆草制剂中水溶性成分的药理活性研究](#)[期刊论文]-[中药药理与临床](#)2000, 16(6)
2. [贾苒](#), [刘泽荣](#), [付晓泰](#) [垂盆草中总黄酮含量测定方法研究](#)[期刊论文]-[中国实用医药](#)2007, 2(36)
3. [赖荣胜](#), [潘金火](#) [垂盆草苷的含量测定与药理研究](#)[期刊论文]-[中医药学刊](#)2003, 21(8)
4. [刘桂艳](#), [马双成](#), [郑健](#), [张继](#), [林瑞超](#), [LIU Gui-yan](#), [MA Shuang-cheng](#), [ZHENG Jian](#), [ZHANG Ji](#), [LIN Rui-chao](#) [深绿山龙眼种子化学成分研究\(I \)](#) [期刊论文]-[中草药](#)2005, 36(6)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200706027.aspx