

正交设计优选微波提取五味子中五味子醇甲的研究

黄天辉^{1,2,3}, 蒋艳萍², 周俊², 张祥民¹

(1. 复旦大学博士后化学流动站, 上海 201203; 2. 广西中烟工业公司博士后工作站, 广西南宁 530001;

3. 广西医科大学 化学教研室, 广西南宁 530021)

摘要:目的 研究微波辅助提取五味子中五味子醇甲的优化工艺。方法 采用正交设计优化微波提取工艺, 用高效液相色谱法测定五味子醇甲的量, 并考察了微波功率、乙醇浓度、料液比、提取时间和药材粉碎度对提取五味子醇甲的影响。结果 微波辅助提取五味子醇甲的优化工艺: 微波功率为 850 W, 乙醇浓度为 80%, 料液比为 1:12, 提取时间为 35 min, 药材粉碎度为 80 目。结论 微波提取法明显优于加热回流提取法, 表明微波提取法是适合提取五味子醇甲的有效方法。

关键词: 五味子; 五味子醇甲; 正交设计**中图分类号:** R284.2; R286.02**文献标识码:** A**文章编号:** 0253-2670(2007)12-1824-02Study on microwave-assisted extraction of schisandrin from *Schisandra chinensis*HUANG Tian-hui^{1,2,3}, JIANG Yan-ping², ZHOU Jun², ZHANG Xiang-min¹

(1. Post-doctoral Chemistry Station, Fudan University, Shanghai 201203, China; 2. Post-doctoral

Work Station, China Tobacco Guangxi Industrial Incorporation, Nanning 530001, China;

3. Department of Chemistry, Guangxi Medical University, Nanning 530021, China)

Key words: *Schisandra chinensis* Baill.; schisandrin; orthogonal design

五味子为木兰科植物五味子 *Schisandra chinensis* Baill. 的干燥果实。具有收敛固涩、益气生津、补肾宁心的功效。临床常用于久咳虚喘, 梦遗滑精, 遗尿尿频, 久泻不止, 自汗, 盗汗, 津伤口渴, 短气脉虚, 内热消渴, 心悸失眠等症状的治疗。五味子中的有效成分主要为五味子醇甲等木脂素类成分^[1,2]。对于五味子中有效成分的提取工艺, 传统的方法采用加热回流提取^[3]。该工艺的不足在于提取时间长、消耗能源大。微波辅助提取法将微波辐射与溶剂萃取相结合, 具有提取时间短、溶剂用量少、提取成本低等优点^[4]。本研究将微波辅助提取法用于五味子中五味子醇甲的提取, 有望对该品提取工艺进行改进。

1 仪器与材料

惠而浦 VIP272 微波提取器(国家中药制药工程技术研究中心); Waters 510 型高效液相色谱仪(Waters 公司)。

五味子饮片(产地辽宁, 批号 030928)购自上海康桥中药饮片有限公司, 经国家中药制药工程技术研究中心刘志远鉴定符合《中国药典》2005 年版一部规定。

五味子醇甲对照品(批号 11085-200203)购自

中国药品生物制品检定所; 甲醇(色谱纯)、乙醇(分析纯)均为市售试剂。

2 方法与结果

2.1 五味子醇甲的 HPLC 法测定^[5]

2.1.1 色谱条件: Shim-pack VP-ODS 色谱柱(150 mm×4.6 mm×35 μm); 流动相为甲醇-水(13:7); 体积流量为 1.0 mL/min; 检测波长为 250 nm。

2.1.2 标准曲线的测定: 精密称量五味子醇甲对照品 5 mg 于 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀即得对照品溶液。精密量取对照品溶液 4、8、12、16、20 μL, 按选定的色谱条件进样测定, 以五味子醇甲质量与峰面积进行线性回归, 计算得回归方程 $Y=1\,224\,100\,X+595\,985.3$, $r=0.999\,9$ 。

2.1.3 测定: 精密称取粉碎的五味子饮片(80 目)约 0.25 g, 3 份, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇适量, 超声处理 60 min 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 按照上述色谱条件进样, 计算五味子醇甲的质量分数为 1.23%; 称取不同提取工艺的五味子干浸膏适量, 加入甲醇定容, 滤过, 即得供试品溶液, 按照上述色谱条件分别进样, 根据回归方程分别计算五味子醇甲的质量分数。

收稿日期: 2007-03-30

作者简介: 黄天辉(1969—), 男, 广西医科大学副教授, 复旦大学在读企业博士后, 主要从事中草药的研究与开发。

Tel: (0772) 3162385 Fax: (0772) 3160111 E-mail: hth169@yahoo.com.cn

2.2 提取方法

2.2.1 微波提取法:取粉碎的五味子饮片约 50 g,按正交设计 $L_{16}(4^5)$ 进行微波提取,滤液经减压浓缩真空干燥成干浸膏,称质量后储存备用。精密称取不同提取条件的干浸膏适量,测定,根据回归方程计算五味子醇甲的转移率(转移率=提取物中五味子醇甲的质量/药材中五味子醇甲的总质量 $\times 100\%$)。因素与水平见表 1,实验设计与计算结果见表 2。

表 1 因素与水平

Table 1 Factors and levels

因 素					
水平	A(微波功率)/W	B(乙醇体积分数)/%	C(提取时间)/min	D(料液比)/(g · mL ⁻¹)	E(粉碎度)/目
1	340	60	5	1 : 6	20
2	510	70	15	1 : 8	40
3	680	80	25	1 : 10	60
4	850	90	35	1 : 12	80

表 2 试验设计与计算结果

Table 2 Design and result of orthogonal test

试验号	A	B	C	D	E	转移率/%
1	1	1	1	1	1	39.44
2	1	2	2	2	2	45.23
3	1	3	3	3	3	70.82
4	1	4	4	4	4	86.36
5	2	1	2	3	4	78.60
6	2	2	1	4	3	77.01
7	2	3	4	1	2	49.67
8	2	4	3	2	1	43.76
9	3	1	3	4	2	51.65
10	3	2	4	3	1	57.08
11	3	3	1	2	4	76.99
12	3	4	2	1	3	69.40
13	4	1	4	2	3	79.23
14	4	2	3	1	4	66.14
15	4	3	2	4	1	66.22
16	4	4	1	3	2	49.60
K_1	60.462	62.230	60.760	56.162	51.627	
K_2	62.260	61.365	64.865	61.302	49.038	
K_3	63.780	65.927	58.093	64.025	74.115	
K_4	65.300	62.280	68.085	70.313	77.022	
R	4.838	4.562	9.992	14.151	27.984	

根据结果,运用正交设计的均值与极差方法分析微波功率、提取时间、乙醇体积分数、料液比和药材粉碎度对五味子醇甲转移率的影响。极差分析表

明:影响五味子醇甲转移率的主要因素为药材粉碎度,依次为料液比>提取时间>微波功率>乙醇体积分数;均值分析表明:优化工艺为微波功率 850 W、提取时间 35 min、乙醇体积分数 80%、料液比 1:12 和药材粉碎度 80 目。

2.2.2 加热回流提取法:五味子有效成分提取的优化工艺^[5]为乙醇体积分数为 80%,提取两次,每次 3 h,料液比 1:12。取粉碎的五味子饮片(80 目)约 100 g,3 份,各加入 80%乙醇 60 mL,加热回流 3 h,滤过,第二次加入同样体积分数和用量的乙醇加热回流 3 h,滤过,合并两次滤取液,减压浓缩后转入蒸发皿中水浴蒸干,置真空干燥器中,真空干燥成干浸膏。精密称取适量的干浸膏,测定,根据回归方程计算五味子醇甲转移率。根据正交设计选定的优化结果,制备 3 批样品,测定,计算五味子醇甲转移率,结果见表 3。

表 3 微波提取与加热回流的比较

Table 3 Comparison of microwave extraction with heating reflux

提取方法	乙醇体积分数/%	提取时间/min	料液比/(g·mL ⁻¹)	粉碎度/目	转移率/%
微波提取	80	35	1:12	80	94.72
回流提取	80	360	1:12	80	81.54

实验表明:正交设计优选的结果要比正交设计表中的数据更合理、更优越,从而表明正交设计的方法能有效指导生产实践。对比加热回流提取法,微波提取法的提取时间短,五味子醇甲转移率高 13.18%,提取效率高,是提取五味子醇甲的有效法。

References:

[1] Tang C K. Investigation on chemistry and pharmacological study for *Schisandra chinensis* Baill [J]. Northwest Pharm J (西北药学杂志), 1994(6): 281-282.
[2] Zhang M H, Chen H, Li L E. Deoxyschizandrin and schizandrin protect liver against carbon tetrachloride induced damage [J]. Med J CPAPCF (武警医学), 2002(7): 395-396.
[3] Lu J Q, X zhang B J. Study on extraction process for *Schisandra chinensis* Baill [J]. Chin Tradit Pat Med (中成药), 1998(12): 1-2.
[4] Pare J R, Miche S. Microwave-assisted natural products extraction [P]. US: 5002784, 1991.
[5] Ch (中国药典) [S]. Vol I. 2005.



作者: [黄天辉](#), [蒋艳萍](#), [周俊](#), [张祥民](#), [HUANG Tian-hui](#), [JIANG Yan-ping](#), [ZHOU Jun](#), [ZHANG Xiang-min](#)

作者单位: [黄天辉, HUANG Tian-hui\(复旦大学博士后化学流动站, 上海, 201203; 广西中烟工业公司博士后工作站, 广西, 南宁, 530001; 广西医科大学, 化学教研室, 广西, 南宁, 530021\)](#), [蒋艳萍, 周俊, JIANG Yan-ping, ZHOU Jun\(广西中烟工业公司博士后工作站, 广西, 南宁, 530001\)](#), [张祥民, ZHANG Xiang-min\(复旦大学博士后化学流动站, 上海, 201203\)](#)

刊名: [中草药](#) **ISTIC** **PKU**

英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)

年, 卷(期): 2007, 38(12)

被引用次数: 2次

参考文献(5条)

1. [Tang C K](#) Investigation on chemistry and pharmacological study for Schisandra chinensis Baill 1994(06)
2. [Zhang M H;Chen H;Li L E](#) Deoxyschizandrin and schizandrin protect liver against carbon tetrachloride induced damage[期刊论文]-[武警医学](#) 2002(07)
3. [Lu J Q;X zhang B J](#) Study on extraction process for Schisandra chinensis Baill 1998(12)
4. [Pare J R;Miche S](#) Microwave-assisted natural products extraction 1991
5. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005

本文读者也读过(7条)

1. [黄惠华](#). [梁汉华](#). [HUANG Hui-hua](#). [LIANG Han-hua](#) 利用微波辅助萃取技术提取五味子果实中五味子醇甲的研究[期刊论文]-[天然产物研究与开发](#)2006, 18(1)
2. [黄天辉](#). [蒋艳萍](#). [周俊](#). [张祥民](#) 正交设计优选微波提取五味子中五味子醇甲的研究[会议论文]-2008
3. [黄天辉](#). [蒋艳萍](#). [周俊](#). [张祥民](#) 正交设计优选微波提取五味子中五味子醇甲的研究[会议论文]-2008
4. [高晓旭](#). [李继海](#). [姜贵全](#). [孟宪军](#). [李彬](#). [Gao Xiaoxu](#). [Li Jihai](#). [Jiang Guiquan](#). [Meng Xianjun](#). [Li Bin](#) 五味子醇甲的超临界CO₂流体萃取及RP-HPLC分析[期刊论文]-[东北林业大学学报](#)2009, 37(2)
5. [范晨怡](#). [章晓骅](#). [魏惠华](#). [施亚芳](#). [孙明珍](#). [陈彦](#). [贾晓斌](#). [FAN Chenyi](#). [ZHANG Xiaohua](#). [WEI Huihua](#). [SHI Yafang](#). [SUN Mingzhen](#). [CHEN Yan](#). [JIA Xiaobin](#) 五味子醇甲的提取纯化工艺研究[期刊论文]-[中国药房](#)2007, 18(12)
6. [可成友](#). [谭风华](#). [边蕾](#). [夏丽娜](#). [高珍](#). [吴晓芳](#) 正交实验法优化五味子醇甲的提取工艺研究[期刊论文]-[山西中医](#) 2009, 25(4)
7. [程康华](#). [刘幸平](#). [朱凯](#) CO₂超临界液体萃取五味子中五味子醇甲的研究[期刊论文]-[南京中医药大学学报\(自然科学版\)](#) 2001, 17(6)

引证文献(2条)

1. [刘正文](#). [雷婷](#). [刘光明](#) 五味子木脂素类成分提取分离及抗肝炎作用[期刊论文]-[医学综述](#) 2009(24)
2. [张莹](#). [许传杰](#). [王微](#). [于雪莹](#). [陈小强](#). [祖元刚](#) 五味子主要活性成分提取方法的研究进展[期刊论文]-[特产研究](#) 2012(2)