

· 中(蒙)医药论坛 ·

正交试验法优化白芷提取工艺

徐 晔

(内蒙古自治区爱国卫生服务中心, 内蒙古 呼和浩特 010000)

【摘要】目的 研究中药白芷提取工艺的优化。**方法** 以料液比、提取时间、提取次数及温度为考察因素,采用正交试验法研究白芷香豆素最佳提取工艺。以白芷中欧前胡素的含量为指标并通过紫外分光光度法测定其含量。**结果** 白芷最佳提取工艺为70℃时用35倍量甲醇回流提取3次,每次回流提取2h,采用该提取方法,欧前胡素提取率平均可达0.60%。**结论** 优选的提取工艺简便、稳定、可行。

【关键词】白芷;提取工艺;正交试验

中图分类号:R473.6

文献标识码:B

文章编号:1673-9388(2023)04-0278-03

DOI:10.19891/j.issn1673-9388.(2023)04-0278-03

白芷为伞形科植物,是中医临床的常用药,主要栽培于我国四川、杭州等地^[1]。白芷中主要含有香豆素类成分如欧前胡素、异欧前胡素、氧化前胡素等^[2]。白芷性温,具有发散风寒、通窍止痛、燥湿止带、消肿排脓等功效^[3],可发挥抗炎镇痛^[4]、抗菌^[5]、抗肿瘤^[6]、兴奋中枢神经^[7]、美白^[8]等多种作用。有研究^[9]表明,白芷中香豆素类化合物含量越高,其疗效越好。因此,白芷中香豆素类成分的提取率可以作为白芷提取工艺的评判指标。曾有文献^[10,11]报道,利用正交实验法,分别采用超声法、回流法,可优化白芷中香豆素类成分提取工艺。有研究^[12,13]曾采用反相高效液相色谱法和薄层扫描法对白芷中一种或几种香豆素类成分进行含量测定。此外,马逾英等^[14]用紫外分光光度法测量白芷中香豆素类含量。文献报道^[15,16]称白芷所含主要香豆素成分(异欧前胡素、欧前胡素、氧化前胡素)紫外最大吸收波长表现各异,但均在254nm左右,具有较宽的吸收谱带。本研究通过正交试验法,采用索氏提取法对白芷提取工艺进行优化,将料液比、提取时间、提取次数、温度作为考察因素,以白芷中欧前胡素含量提取率为指标,在248nm处采用紫外分光光度法测定其含量,从而优选出白芷中香豆素类成分的提取工艺。

1 材料与设备

1.1 试药与试剂

白芷饮片,购置于河北康博药业有限公司。

欧前胡素标准品(中国食品药品检定研究院,批号:110826-201415);甲醇、乙醇、乙酸乙酯、丙酮(天津市津东天正精细化学试剂厂);所有实验试剂均为分析纯,实验用水为蒸馏水。

1.2 仪器与设备

电子天平TA1003(上海菁海仪器有限公司);HH-2恒温水浴锅(常州市江南实验仪器厂);旋转蒸发仪N-1110(上海爱朗仪器有限公司);TU-1901双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)。

2 实验方法

2.1 白芷醇提工艺单因素考察试验

称取白芷饮片5.0g,溶剂倍数20倍、提取时间2h、提取次数2次、提取温度为75℃,分别研究料液比(A)、提取时间(B)、提取次数(C)及提取温度(D)对白芷中欧前胡素吸光度影响。

2.2 正交试验优化提取工艺

根据单因素试验结果,选取料液比(A)、提取时间(B)、提取次数(C)及提取温度(D)为考察因素,

收稿日期:2023-06-02;修回日期:2023-08-05

第一作者:徐晔(1985-),女,硕士研究生,研究方向:药效物质基础与质量控制。E-mail:xuyeol@163.com

每个因素各取4个水平,选用L16(45)正交表设计试验。以欧前胡素吸光度为评价指标,正交优化醇提工艺,因素水平见表1。

表1 正交试验因素水平表

因素水平	A 料液比(mL/g)	B 提取时间(h)	C 提取次数	D 提取温度(℃)
1	25	1	1	70
2	30	1.5	2	75
3	35	2	3	80
4	40	2.5	4	85

3 样品的制备

3.1 标准溶液的配制

精密称定欧前胡素标准品 5.0 mg 于 50 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并定容至刻度,即得质量浓度为 0.1 mg/mL 的对照品溶液。

3.2 供试溶液的配制

精密称取白芷药材 2.5 g,置 50 mL 圆底烧瓶中,加入 10 倍量甲醇,回流提取 2 次,每次 2 h,合并滤液,加甲醇定容至 50 mL。精密移取白芷药材提取液 1.0 ~ 10 mL 容量瓶内,加甲醇稀释至刻度,得欧前胡素供试品溶液。

4 实验条件及方法学考察

4.1 测定波长的选择

将上述供试液和对照品溶液各取 1 mL 并定容至 25 mL,在 200 ~ 400 nm 进行波谱扫描,结果发现两者在 248 nm 附近都有一个吸收峰,因此测量波长设定为 248 nm。

4.2 标准曲线的建立

分别取上述欧前胡素对照品溶液 0.5 mL、0.6 mL、0.7 mL、0.8 mL、0.9 mL、1.0 mL,用甲醇定容至 25 mL,甲醇作为空白对照,于 248 nm 处测定各自的吸光度。以浓度(C)为横坐标,吸光度(A)为纵坐标作图,得图 1,回归方程 $A=197.76C+4 \times 10^{-5}$ ($r=0.9995$, $n=6$)。结果表明,欧前胡素标准品溶液浓度在 0.002 mg/mL ~ 0.004 mg/mL 范围内,吸光度与浓度有良好的线性关系。

5 结果与分析

5.1 单因素试验结果

5.1.1 料液比对白芷中欧前胡素提取率的影响

白芷中欧前胡素提取率随料液比增加而升高,在 1:35 时达到最大,此后随料液比增加而减少。说明在试验范围内,料液比 1:35 为最合适的提取条件。见图 1。

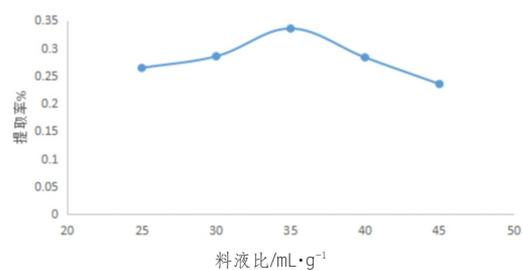


图1 料液比对欧前胡素提取率的影响

5.1.2 提取时间对白芷中欧前胡素提取率的影响

白芷中欧前胡素的提取率随时间的延长而增加,时间为 1.5 h 时达到最大,此后随时间的延长提取率下降,2.5 h 后时间延长提取率基本不变。说明在试验范围内,1.5 h 为最佳提取条件。见图 2。

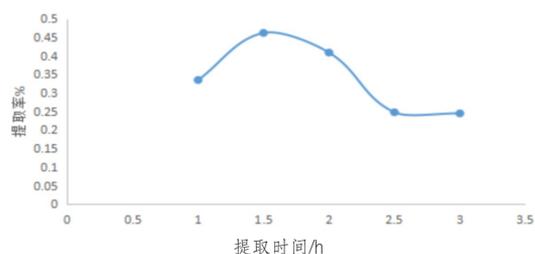


图2 提取时间对欧前胡素提取率的影响

5.1.3 提取次数对白芷中欧前胡素提取率的影响

白芷中欧前胡素提取率随提取次数的增加而上升,提取次数为 3 次时提取率最大,此后随提取次数的增加提取率会有所下降。说明在试验范围内,提取 3 次为最合适的提取条件。见图 3。

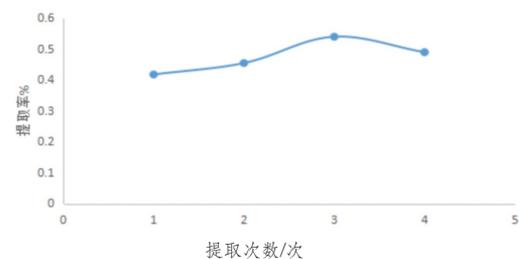


图3 提取次数对欧前胡素提取率的影响

5.1.4 温度对欧前胡素提取率的影响

白芷中欧前胡素提取率随温度的升高逐渐下降,温度为70℃时提取率最大,这可能与香豆素类成分在高温下会分解有关。说明在试验范围内,70℃提取为最佳提取条件。见图4。

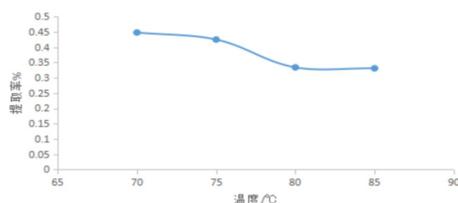


图4 温度对欧前胡素提取率的影响

5.2 醇提工艺正交试验结果

根据以上所确定各因素的水平,进行四因素四水平正交实验设计。

以料液比(A)、提取时间(B)、提取次数(C)、提取温度(D)为考察因素进行正交试验,结果显示主次因素为:A(料液比)>B(提取时间)>C(提取次数)>D(提取温度),根据K值得到的最优工艺为A3B3C3D1,即料液比1:35、提取时间2h、提取次数3次、提取温度70℃。见表2。

表2 正交试验因素水平表

实验序号	A 料液比 (mL/g)	B 提取时间(h)	C 提取次数	D 提取温度(℃)	空列	吸光度
1	25	1.0	1	70	1	0.418
2	25	1.5	2	75	2	0.467
3	25	2.0	3	80	3	0.531
4	25	2.5	4	85	4	0.448
5	30	1.0	2	80	4	0.372
6	30	1.5	1	85	3	0.531
7	30	2.0	4	70	2	0.731
8	30	2.5	3	75	1	0.647
9	35	1.0	3	85	2	0.693
10	35	1.5	4	80	1	0.687
11	35	2.0	1	75	4	0.659
12	35	2.5	2	70	3	0.718
13	40	1.0	4	75	3	0.427
14	40	1.5	3	70	4	0.774
15	40	2.0	2	85	1	0.609
16	40	2.5	1	80	2	0.673
K1	1.864	1.910	2.281	2.641	2.361	
K2	2.281	2.459	2.166	2.20	2.564	
K3	2.757	2.530	2.645	2.263	2.207	
K4	2.583	2.486	2.293	2.281	2.253	
R	0.893	0.620	0.479	0.441	0.357	

6 小结

有研究^[17]表明,白芷除了可作药用,还可应用于化妆品、保健品中,并可与其他原料配成新的派生调味品,虽然白芷种植广泛,但产量远不能满足要求。本实验通过正交试验法对白芷提取工艺进行了优化,在最佳实验条件下,欧前胡素提取率平均可达0.6%,为白芷的进一步研究、开发与利用提供一定依据。

参考文献

- [1]朱艺欣,李宝莉,马宏胜,等.白芷的有效成分提取、药理作用及临床应用研究进展[J].中国医药导报,2014,11(31):159-162
- [2]王玉文.白芷的化学成分、药理作用及制剂研究进展[J].中国民族民间医药,2011,20(17):28-29
- [3]国家药典委员会.中华人民共和国药典[S].北京:化学工业出版社,2005:79-80
- [4]王德才,李珂,徐晓燕,等.杭白芷香豆素组分解热镇痛抗炎作用的实验研究[J].中国中医药信息杂志,2005,12(11):36-37
- [5]郑铁生,韩伟国,姜旭淦,等.菌霉克星防霉剂的研究[J].中国药科大学学报,1996,27(5):23-26
- [6]王梦月,贾敏如,马逾英,等.白芷中四种线型呋喃香豆素类成分药理作用研究[J].天然产物研究与开发,2010,22(3):485-489
- [7]刘忠和,李佳,吴基良.杭白芷香豆素对巴比妥类药物催眠作用的影响及其机制研究[J].武汉大学学报:医学版,2006,27(1):63-65
- [8]高彤彤,许云,晏志勇.不同浓度白芷美白液对人体酪氨酸酶活性抑制情况分析[J].中药材,2015,38(2):373-375
- [9]唐策,范刚,张艺,等.道地药材川白芷的质量标准提高研究[J].中国药房,2013,24(3):235-238
- [10]邱婧然,王志祥,周黎明.正交试验优选白芷中总香豆素的超声提取工艺[J].中国药房,2014,25(7):618-620
- [11]邓晓华,王萍.正交设计法优化兴安白芷茎中总香豆素的提取工艺[J].中国林副特产,2009(3):19-21
- [12]李宏宇,戴跃进,张海波,等.不同商品白芷中香豆素的薄层扫描法测定含量[J].华西药学杂志,1990,5(3):165-167
- [13]李宏宇,戴跃进,谢成科.川白芷中香豆素类成分的反相高效液相色谱分析[J].华西药学杂志,1990,5(4):231-233
- [14]马逾英,钟世红,贾敏如,等.紫外分光光度法测定川白芷中总香豆素类成分的含量[J].华西药学杂志,2005,20(2):159-160
- [15]魏玉平,刘俊,颜小林,等.都梁丸提取工艺研究[J].中草药,2000,31(5):31-32
- [16]徐国钧,徐璐珊.常用中药材品种整理和质量研究(南方协作组第二册)[M].福州:福建科学技术出版社,1997:301
- [17]王慧君.白芷产新人气浓[J].全国药材信息,2013(23):12-13