

超声辅助提取中药射干中鸢尾类物质的研究

段丽红, 郑必胜, 郭祀远

(华南理工大学轻工与食品学院, 广东 广州 510640)

摘要: 目的: 优选超声辅助提取中草药射干中活性成分鸢尾类物质的工艺。方法: 采用正交试验法研究超声时间和超声功率对提取效率的影响, 以紫外分光光度法测定鸢尾类物质含量。结论: 在实验条件下, 用功率为180 W的45 kHz超声波强化提取过程, 70%乙醇与射干的液固比(mL/g)为9:1, 每次回流提取60 min, 可得最佳的提取效果。

关键词: 射干; 鸢尾; 超声; 正交试验

中图分类号: R282; 文献标识码: A; 文章编号: 1673-9078(2007)12-0031-03

Ultrasonic-assisted Extraction of Tectoridin from *Rhizoma Belamcandae*

DUAN Li-hong, ZHENG Bi-sheng, GUO Si-yuan

(College of Light Industry and Food Sciences, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

Abstract: Objective: to study the ultrasonic-assisted extraction of the active compound Tectoridin from *Rhizoma Belamcandae*. Methods: the effects of extraction time and ultrasonic power were investigated by the orthogonal experiment and the Tectoridin content was determined by UV-spectrophotometer. Conclusion: The optimal ultrasonic power, ultrasonic frequency, ratio of liquid (70% ethanol) and solid (*Rhizoma Belamcandae*) and reflux extraction time were 180 W, 45 kHz, 9:1 and 60 min, respectively.

Key words: *Rhizoma Belamcandae*; Tectoridin; ultrasonic wave; orthogonal design

现代药理研究表明, 射干具有抗炎、抗病毒、抗过敏、兴奋咽喉粘膜和促进唾液分泌等作用^[1]。射干中的活性成分鸢尾苷、鸢尾黄素可作为具有器官选择性的雌性激素样药物, 选择性地治疗和预防血管疾病、骨质疏松和更年期综合症^[2]。近年来, 日本的学者对射干中主要成分鸢尾苷及其鸢尾黄素的抗炎作用进行了深入的研究, 发现射干中的鸢尾苷及鸢尾黄素在体内外均具有抗透明质酸酶的作用, 且不为半胱氨酸所阻断^[3]。目前针对活性成分鸢尾苷的提取、分离及纯化的研究还较少, 本文采用正交试验法优选其超声辅助提取工艺的最佳条件, 为进一步生产以及新药的开发提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料

射干药材, 购于广州清平药材市场; 鸢尾苷标准品购于成都思科华生物技术有限公司; 乙醇为工业用乙醇。

1.2 仪器

KQ5200DE 型数控超声清洗器(江苏昆山市超声

仪器有限公司); UV2102PC 紫外-可见分光光度计(上海 Unico 公司); LD5-10 低速离心机(北京医用离心机厂); RE-52A 型旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂); SHZ-III 型循环水真空泵(上海亚荣生化仪器厂); ZK-828 真空干燥箱(上海实验室仪器总厂)。

1.3 方法

1.3.1 最大吸收波长^[4]的确定

精密量取样品溶液和标准品溶液各 0.3 mL, 分别置于 100 mL 量瓶中, 加 70%乙醇稀释至刻度, 摇匀。以 70%乙醇作空白, 于紫外分光光度计上, 在 200~400 nm 波长范围内绘制吸收曲线, 结果表明样品和标准品均在 265.6±0.2 nm 波长处有最大吸收。

1.3.2 标准曲线的绘制

精密称取鸢尾苷标准品 3 mg, 置于 100 mL 容量瓶中, 用 70%乙醇溶解并定容, 摇匀。精密量取上述标准液 0.1 mL、0.3 mL、0.5 mL、0.7 mL、0.9 mL 分别置于 10 mL 容量瓶中, 以 70%乙醇定容, 摇匀, 于加 265.6 nm 处测定吸收值。以浓度为横坐标, 吸收值为纵坐标, 绘制标准曲线。结果表明, 鸢尾苷浓度在 0.0003 mg/mL~0.0027 mg/mL 范围内符合比耳定律, 线性回归方程为: $A=0.0299C+0.0107$, $R^2=0.9998$ 。

1.3.3 样品的提取与测定

收稿日期: 2007-09-06

基金项目: 广东省科技计划资助项目(2003B31701)

作者简介: 段丽红(1981-), 女, 江西景德镇人, 在读博士研究生

称取射干粉末(过20目筛)3g,在一定条件进行回流提取,过滤,离心分离(3000 r/min)10 min,取上层清液旋转蒸发至干,用30 mL 70%乙醇溶解,取5 mL 溶解液定容于100 mL 容量瓶中,作为样品溶液。精密量取1 mL,置于50 mL 量瓶中,加70%乙醇稀释至刻度,摇匀。以70%乙醇作空白,于265.6 nm 波长处测定吸收值并计算鸢尾类物质的得率。

1.3.4 正交试验因素和水平的确定

根据单因素实验结果,设计正交试验的因素和水平。以鸢尾类的得率为评价指标,通过方差分析和显著性检验得出各种因素的影响程度。

2 结果与讨论

2.1 提取溶剂的选择

采用平行试验以水、乙醇、碱提酸沉等不同溶媒提取。结果发现以醇提得率最高,故本工艺选择乙醇回流法提取。

醇提法的方差分析和显著性检验得出3种因素的影响依次为:乙醇浓度>液固比>回流时间。在70%乙醇、液固比为6:1,75℃下回流120 min的提取条件下,鸢尾类物质得率可达3.6%。

2.2 超声波处理强化提取单因素试验

通过单因素试验为多因素正交试验的因素和水平的选择和设计提供依据。

2.2.1 超声波处理时间

在超声功率为180 W,乙醇浓度为70%,液固比为6:1,提取温度为75℃条件下,比较超声波处理时间分别为30 min、60 min、90 min和120 min的提取效果,结果如图1所示。

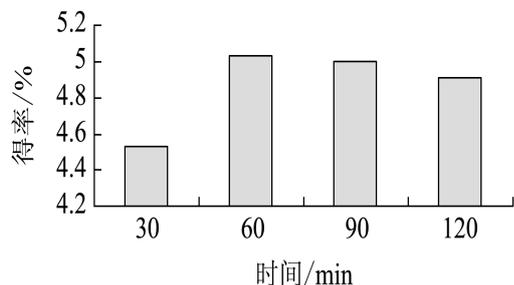


图1 超声波处理时间的影响

2.2.2 超声功率

超声功率分别为100 W、120 W、140 W、160 W和180 W,超声波处理时间为60 min,乙醇浓度为70%,液固比为6:1,提取温度为75℃,结果如图2所示。

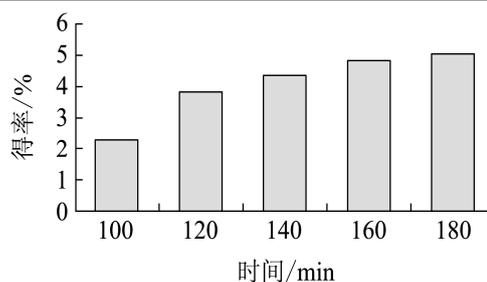


图2 超声功率的影响

2.3 超声波处理强化正交试验

根据预试验结果,选出超声时间、乙醇用量、乙醇浓度和超声功率4个试验因素,每个因素3个水平进行优选,因素水平见表1。

表1 L₉(3⁴)正交试验因素水平表

因素水平	A(超声波处理时间/min)	B(液固比/mL·g ⁻¹)	C(乙醇浓度/%)	D(超声功率/W)
1	30	3	50	100
2	60	6	70	140
3	90	9	90	180

选用L₉(3⁴)试验表试验,结果见表2。

表2 正交试验结果分析表

试验号	A	B	C	D	得率/%
1	1	1	1	1	1.42
2	1	2	2	2	3.53
3	1	3	3	3	2.87
4	2	1	2	3	3.88
5	2	2	3	1	2.50
6	2	3	1	2	3.42
7	3	1	3	2	2.18
8	3	2	1	3	2.48
9	3	3	2	1	2.55
K ₁	7.82	7.48	7.32	6.47	
K ₂	9.80	8.51	9.96	9.13	
K ₃	7.21	8.84	7.55	9.23	
R	2.59	1.36	2.64	2.76	

由结果分析表可知,A、C和D因素对射干中鸢尾类物质的提取有显著性影响,各因素的影响程度依次为D>C>A>B。因而优选出射干中鸢尾类物质的提取工艺为A₂B₃C₂D₃。

3 结论

超声波处理强化回流的正交试验结果分析表明,

(下转第66页)