

正交试验法优选大黄醇回流提取工艺

郭澄 张纯

(第二军医大学长征医院 上海 200003)

摘要 本文选用正交设计试验,考察了各因素对大黄醇回流所得提取物中总蒽醌含量的影响。结果表明:回流时间对总蒽醌含量有极显著影响,乙醇浓度也有显著影响。大黄醇回流提取工艺以 95%乙醇 6 倍用量,回流提取 2 次,每次 1 小时为最佳。

关键词 大黄;总蒽醌;提取工艺

Orthogonal test for the effect of alcohol extracting procedure to total anthraquinone content in Rhubarb

Guo Cheng, Zhang Chun

(Department of Pharmacy, Changzheng Hospital, Shanghai 200003)

ABSTRACT Concentration of alcohol, reflowing time and amount of alcohol was tested in cluster analysis for alcohol extracting procedure. Experimental results showed that reflowing time and concentration of alcohol were the significant facts to total anthraquinone content with $P < 0.01$ and $P < 0.05$ respectively. The best extracting procedure can be described as: the drug powder is reflowed 2 times, 1 hour each, percolated by 95% alcohol.

KEY WORDS Rhubarb, cluster analysis, extracting procedure, total anthraquinone

大黄是临床常用的泻下药,具有泻下攻积,清热泻火、解毒、活血祛瘀之功能。泻下的有效成分为蒽醌衍生物及其甙类,为热不稳定性物质。据报道^[1]:从大黄总蒽醌含量测定,含量高低顺序的工艺为:醇回流>渗漉>水提。本文用正交试验设计优选出最佳的醇回流提取工艺。

一、仪器及试剂

UV-240 分光光度计(上海第三分析仪器厂)、大黄素对照品由中国药品生物制品检定所提供。大黄药材购自上海市药材公司。所用试剂均为分析纯。

二、方法及结果

(一)方法步骤

取大黄粗粉 50g 九份,根据因素水平表 1 选择 $L_9(3^4)$ 正交表,分别加不同浓度、不同量的乙醇回流提取 2 次。合并二次回流液,滤过,滤液转入 500ml 量瓶中加醇至刻度,得提取液,待测总蒽醌含量。以醋酸镁为显色剂,大黄素为对照品,用 UV-240 分光光度计在 510nm 处测定^[1]。结果见表 2。

表 1 试验因素水平表

水平	乙醇浓度(%)A	回流提取时间(h)B	乙醇用量(倍)C	空白 D
1	60	0.5, 0.5	6, 6	
2	80	1.5, 1.5	5, 5	
3	95	1.0, 1.0	4, 4	

表 2 $L_9(3^4)$ 正交表设计

列号	A	B	C	D	总蒽醌 含量(mg/ml)
	1	2	3	4	
1	1	1	1	1	3.07
2	1	2	2	2	3.24
3	1	3	3	3	4.01
4	2	1	2	3	3.22
5	2	2	3	1	3.54
6	2	3	1	2	4.40
7	3	1	3	2	3.23
8	3	2	1	3	3.65
9	3	3	2	1	4.46
K_1	10.32	9.52	11.12	11.07	Σx 32.82
K_2	11.16	10.43	10.92	10.87	Σx^2 121.91
K_3	11.34	12.87	10.78	10.88	
\bar{K}_1	3.44	3.17	3.71	3.69	
\bar{K}_2	3.72	3.48	3.64	3.62	
\bar{K}_3	3.78	4.29	3.59	3.63	
R	0.34	1.12	0.12	0.07	

(二) 方差分析

结果见表 3

从表 3 方差分析表明对大黄总蒽醌含量影响显著性的因素是 B, 其次是因素 A, 影响不显著是 C。又从表 2 直观看出最佳工艺为 $A_3B_3C_1$, 即用 95% 乙醇 6 倍量, 回流提取 2 次, 每次 1 小时。

三、讨论

用乙醇为溶剂进行提取时, 回流法效果优于渗漉法。本研究结果表明, 选择合适的提取时间非常关键, 以 1 小时为佳, 太短则提取不完全, 太长可能由于长时间加热, 蒽醌受热破坏而使其含量下降。

乙醇浓度以 95% 为佳, 这样使用和回收比较方便, 适合于实际生产, 同时可减少低浓度乙醇回流时由于水解作用对蒽醌甙的破坏作用。

表 3 方差分析表 [$F_{0.05(2,2)}=19, F_{0.01(2,2)}=99$]

方差来源	离差平方和	自由度	均方	F 值	显著性
A	0.200	2	0.10	20.00	$P < 0.05$
B	2.00	2	1.00	200.00	$P < 0.01$
C	0.02	2	0.01	2.00	$P > 0.05$
误差	0.01	2	0.005		
Σ	2.23	8	1.115		

本实验测定结果反映了总蒽醌的提取率高低。在实际工作中有时要将提取液浓缩干燥成干浸膏, 这一过程对总蒽醌含量的影响如何, 有待进一步的研究。

参考文献

- [1] 蒋孟良, 郭建生. 提取方法对大黄中总蒽醌含量的影响. 现代应用药学, 1993; 10(1): 33

露木尔口服液的制备及其临床试用效果

刘明蓉 王晓慧 陈宜彬

(成都军区总医院 610083)

摘要 本文在化学成分预试及镇咳、祛痰、平喘药理实验基础上, 报道了露木尔口服液的制备、质量控制方法以及 16 例慢性支气管炎患者的临床试用效果。

关键词 露木尔; 质量控制; 制备; 临床效果