

· 医林苗圃 ·

# 正交试验法研究 五味子的提取工艺

袁胜英

(天津中医学院中药系 96 级 2 班 300193)

**摘要** 本文采用  $L_9(3^4)$  正交表设计实验, 对五味子提取工艺进行研究。结果表明, 使用 4 倍量 85% 乙醇提取 3 小时, 共提取 2 次为最佳条件, 其影响提取工艺的主要因素依次为溶媒的浓度、提取时间、提取次数、溶媒用量。

**关键词** 正交实验 五味子 提取工艺

中图分类号: R282.7.02 文献标识码: B

文章编号: 1005-7145(2001)01-0045-02

五味子是中医临床常用药之一, 首载于《神农本草经》, 列为上品。具有收敛固涩、益气生津、补肾宁心之功。现代将五味子用乙醇提取后, 制成五仁醇胶囊(片), 大量用于肝炎的治疗。但五味子主要有效成份五味子乙素存在于种子中<sup>[1]</sup>, 常与大量树脂状物共存, 在一般制备过程中, 不易被提出, 给工业生产造成很大困难, 同时也浪费了大量五味子药材, 为此, 我们本着为工业生产降低成本, 提高五仁醇制剂中乙素含量, 用正交设计法选定乙醇浓度、提取时间、提取次数和溶媒用量 4 个因素, 每个因素选定 3 个水平(见表 1), 选用  $L_9(3^4)$  正交表设计试验方案(见表 2)。采用比色法测定各条件下, 五味子乙素在五味子干浸膏中的百分含量, 从而选择五味子提取的最佳工艺, 为工业生产提供依据

## 1 仪器及材料

1.1 仪器 721 分光光度计(上海第三分析仪器厂), FA/JA 系列电子天平(上海第三分析仪器厂), 电热小型三用水箱(北京医疗设备厂), 真空干燥箱。

1.2 对照品 五味子乙素对照品由中国生物制品鉴定所提供。

1.3 样品 五味子购于河北安国药材市场(经天津中医学院中药鉴定教研室鉴定为北五味子)。

1.4 试剂 柱层硅胶(100 目), 硫酸, 变色酸, 氯仿, 乙醇

(均为分析纯)。

## 2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取减压干燥的五味子乙素对照品 10 mg, 置于 50 ml 量瓶中, 加氯仿溶液并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.2 样品的制备 根据  $L_9(3^4)$  正交表所排列的条件称取北五味子 20 g, 置于 100 ml 圆底烧瓶中, 加入 D 倍量 A 浓度的乙醇, 在沸水浴中提取 B 时间 C 次, 过滤, 合并滤液, 弃渣, 挥去乙醇, 常压干燥至一定程度, 改为真空干燥(70°C), 粉碎, 备用。

2.3 样品供试液的制备 分别精密称取 9 个样品各 175 mg 置于锥形瓶中, 加乙醇 15 ml, 加热回流提取 20 min, 滤过, 滤液置 25 ml 量瓶中, 加无水乙醇稀释至刻度, 摇匀。精密量取 1 ml, 加硅胶(100 目) 1 g 拌匀, 挥去乙醇, 将硅胶装入底部塞有少量棉花的层析柱中(D=1 cm), 用氯仿洗脱至 10 ml 量瓶中, 并至刻度, 摇匀。

2.4 标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 ml, 分别置于有塞试管中, 蒸干, 各精密加 10% 变色酸溶液 1 ml, 加硫酸溶液( $H_2O:H_2SO_4=1:2$ ) 9 ml, 摇匀, 置于水浴上加热 30 min, 放冷, 照分光光度法在 570 nm 波长处测定吸收度, 以浓度为横坐标, 吸收度为纵坐标, 绘制标准曲线。

2.5 五味子含量的测定 精密量取 2 ml 供试液置于有塞试管中, 蒸干。按标准曲线制备方法操作, 测定各样品吸收度, 并根据标准曲线读出供试品溶液中五味子乙素的百分含量, 含量为三次实验平均值。

## 3 实验结果与小结

将正交表中数据进行统计处理, 结果见正交表(表 2)。由正交表知  $SS_B=0.0677$  最小, 按常规处理方法, 平均值当作  $SS_e$ , 方差分析见表 3。

以上分析结果表明, 因素 A(乙醇浓度)、因素 B(提取时间)、因素 C(提取次数)对五味子乙素含量有明显影响( $P < 0.05$ )。从统计结果直观分析, A 取  $A_2$ , B 取  $B_2$ , C 取  $C_3$ , D 取  $D_1$ 。由正交表实验结果看, 最佳方案为  $A_2B_2C_3D_1$ , 即使用 4 倍量 85% 的乙醇提取 2 次, 每次 3 小时。其五味子乙素含量为 3.8922%, 两者分析结果一致。

表 1 因素水平表

| 水平 | 因素     |        |        |        |
|----|--------|--------|--------|--------|
|    | 溶剂浓度 A | 提取时间 B | 提取次数 C | 溶剂用量 D |
| 1  | 95%    | 4h     | 4 次    | 4 倍    |
| 2  | 85%    | 3h     | 3 次    | 3 倍    |
| 3  | 75%    | 2h     | 2 次    | 2 倍    |

表 2 正交实验表

| 列号        | A       | B       | C       | D       | 结果                       |
|-----------|---------|---------|---------|---------|--------------------------|
| 实验号       | 1       | 2       | 3       | 4       | $Y_i$                    |
| 1         | A 1     | B 1     | C 1     | D 1     | 0.6238                   |
| 2         | A 1     | B 2     | C 2     | D 2     | 0.4760                   |
| 3         | A 1     | B 3     | C 3     | D 3     | 0.2514                   |
| 4         | A 2     | B 1     | C 2     | D 3     | 1.7158                   |
| 5         | A 2     | B 2     | C 3     | D 1     | 3.8922                   |
| 6         | A 2     | B 3     | C 1     | D 2     | 2.4842                   |
| 7         | A 3     | B 1     | C 3     | D 2     | 2.4069                   |
| 8         | A 3     | B 2     | C 1     | D 3     | 3.4367                   |
| 9         | A 3     | B 3     | C 2     | D 1     | 1.4159                   |
| $I_j$     | 1.3557  | 4.7510  | 6.5492  | 5.9364  | $\frac{(\sum Y_i)^2}{N}$ |
| $II_j$    | 8.0922  | 7.8049  | 3.6077  | 5.3671  |                          |
| $III_j$   | 7.2595  | 4.1515  | 6.5505  | 5.4093  | 31.0152                  |
| $I_j^2$   | 1.8379  | 22.5720 | 42.8920 | 35.2408 |                          |
| $II_j^2$  | 65.4837 | 60.9165 | 13.0155 | 28.8058 |                          |
| $III_j^2$ | 52.7003 | 17.2350 | 42.9091 | 29.2021 |                          |
| $SS_i$    | 8.9921  | 2.5593  | 1.9237  | 0.0677  |                          |

表 3 方差分析表

| 方差来源 | 离差平方和  | 自由度 | 方差     | F 值    | 显著性 |
|------|--------|-----|--------|--------|-----|
| A    | 8.9921 | 2   | 4.4961 | 132.63 |     |
| B    | 2.5593 | 2   | 1.2797 | 37.97  |     |
| C    | 1.9237 | 2   | 0.9619 | 28.37  |     |
| D    | 0.0677 | 2   | 0.0339 |        |     |

$F_{0.05}(2, 2) = 19.00$

参考文献

1 陈延镛, 等. 五味子的研究. 北五味子降谷丙转氨酶有效成分的分  
 离和鉴定. 中国科学, 1976; (1): 98

(收稿日期: 2000- 5- 14)