

正交实验优化香加皮药材的提取工艺*

刘虹, 孙巍, 王萌, 杨虹, 郭俊华, 潘桂湘

摘要: [目的]以杠柳毒苷的提取量为考察指标,优选香加皮药材的醇提工艺。[方法]采用4因素3水平正交实验法。[结果]香加皮的最佳醇提工艺条件为60%乙醇,提取2h,6倍量,3次。[结论]所确定的工艺条件可以将香加皮药材中的杠柳毒苷提取完全。

关键词: 香加皮; 杠柳毒苷; 正交实验

中图分类号: R284.2 文献标识码: A 文章编号: 1005-714X(2006)01-0038-02

Optimization of extraction conditions for Xiangjiapi(Cortex Periplocae) by orthogonal experiment

LIU Hong, SUN Wei, WANF Meng, et al

(Tianjin University of TCM, Tianjin 300193, China)

Abstract: [Objective] To optimize the extraction condition of periplocin in Xiangjiapi. [Methods] The orthogonal experiment of four-factor and three-level was used. [Results] The best extraction conditions were established as 60% ethandl, 2 hour, 6-fold, 3 times. [Conclusion] Periplocin in Xiangjiapi can be extracted completely by the decided extraction conditions

Key words: Xiangjiapi; periplocin; orthogonall experiment

香加皮(Cortex Periplocae)为萝藦科植物杠柳(Asclepiadaceae)的干燥根皮,其功效为祛风湿、强筋骨。香加皮因兼有强心及利尿的功效,近年来常用于复方之中治疗慢性充血性心力衰竭(CHF)^[1-4]。香加皮的主要化学成分为:强心苷成分杠柳毒苷(Periplocin),C₂₁甾体苷及其苷元,低聚糖、4-甲氧基水杨醛(C₈H₈O₃)、-谷甾醇等等。为了有效地提取香加皮药材中的强心苷成分,本实验以杠柳毒苷的提取量为指标,采用正交实验优选香加皮的醇提工艺。

1 仪器和试剂

香加皮药材购自亳州药材公司,并经天津中医学院中医药研究中心郭俊华副研究员鉴定为萝藦科植物杠柳的干燥根皮;Agilent 1100液相色谱系统(VWD检测器);乙腈、甲醇为色谱纯,水为超纯水,乙醇为分析纯,杠柳毒苷对照品(自制,经熔点、薄层层析、核磁及光谱分析,确认纯度98%以上)。

* 基金项目:天津市高等学校科技发展基金项目(20050310);天津市卫生局中医、中西医结合科研基金(2005072);天津市科委应用基础研究计划项目(05YFJZJC01102)。

作者单位:300193 天津中医学院

作者简介:刘虹(1967-),女,助理研究员,研究方向为新药研发。

2 方法

2.1 因素水平表的设置

预实验表明,95%乙醇提取效果并非最佳,相对而言采用稀醇提取效果较好。因此,以杠柳毒苷的提取量为指标,采用L₉(3⁴)正交实验法对香加皮提取工艺进行优选。确定了提取的4个因素为乙醇浓度(A)、提取时间(B)、溶剂体积(C)和提取次数(D),每因素3个水平,因素水平表见表1。

表1 因素水平表

水平	A 乙醇浓度(%)	B 提取时间(h)	C 溶剂量(倍)	D 提取次数(次)
1	50	1	4	1
2	60	2	5	2
3	70	3	6	3

2.2 香加皮药材中杠柳毒苷的提取

取香加皮药材500g(药材中杠柳毒苷含量为3.239mg/g生药),按照L₉(3⁴)正交实验表进行实验,结果见表2。

对表2进行直观分析,可以看出,影响因素顺序为D>A>C>B(次数>乙醇浓度>溶剂量>时间),最佳条件为最佳工艺为A₂B₂C₃D₃,即60%乙醇,提取2h,6倍量,3次。

表2 香加皮提取正交实验的直观分析

实验号	A	B	C	D	杠柳毒苷提取量 (mg/g生药)
1	1	1	1	1	1.400 2
2	1	2	2	2	2.416 2
3	1	3	3	3	2.678 4
4	2	1	2	3	2.859 2
5	2	2	3	1	2.178 7
6	2	3	1	2	2.506 4
7	3	1	3	2	2.594 9
8	3	2	1	3	2.652 7
9	3	3	2	1	1.862 5
	6.494 8	6.854 3	6.559 3	5.441 4	
	7.544 3	7.247 6	7.137 9	7.517 5	
	7.110 1	7.047 3	7.452 0	8.190 3	
极差	1.049 5	0.393 3	0.892 7	2.748 9	

2.3 提取验证实验

为了考察在实际生产中是否能节约成本,定次佳工艺为 A₂B₂C₃D₂,即 60%乙醇,提取 2 h,6 倍量,2 次。取香加皮药材 500 g (药材中杠柳毒苷含量为 3.239 mg/g 生药),分别按照最佳和次佳工艺提取,结果见表 3。

表3 正交实验的验证实验

	验证样品	杠柳毒苷提取量	均值
最佳工艺	1	3.267 2	3.202 6
	2	3.206 8	
	3	3.133 8	
次佳工艺	1	3.085 6	3.051 5
	2	3.050 7	
	3	3.018 1	

结果表明,最佳工艺的提取转移率为 98.88%,次佳工艺的提取率为 94.21%,比最佳工艺低 4.67%。

3 讨论

指标成分的选择在 2005 版中国药典中,香加皮含量测定的质控指标成分为 4-甲氧基水杨醛,但目前并无关于其具有强心作用的报道。在应用香加皮进行 CHF 治疗时,以强心苷成分杠柳毒苷作为质控指标成分较为合理,因此选择杠柳毒苷为指标成分。

合理的提取工艺应能对药材中目标成分提取完全,而且工艺稳定,这是进一步对药材提取物进行严格质量控制的基础。

目前因为杠柳毒苷对照品无法在中国药品生物制品检定所购得,故对香加皮药材及提取物严格的质量控制方法目前还无法普及,这是应该得到重视的问题。

参考文献:

- [1] 王 敏,贾燕平.抗心衰中药复方参加片的临床研究[J].辽宁中医杂志, 2005, 32(2): 135.
- [2] 卢进宝,田丰华.复方生脉饮治疗慢性充血性心力衰竭 30 例[J].河南医药信息, 2003, 24(1): 32.
- [3] 罗 琦.自拟强心饮治疗慢性充血性心力衰竭 40 例[J].中药药理与临床, 2001, 17(2): 47.
- [4] 周晓军.芪加冲剂治疗慢性充血性心力衰竭 25 例临床观察[J].河北中医, 2002, 22(10): 749.

(收稿日期 2005-11-06)

· 启 事 ·

《天津中医药》、《天津中医学院学报》自 2006 年第 1 期起被国际六大检索系统之一美国《化学文摘》(Chemical Abstracts,简称 CA)收录。CA 创刊于 1907 年,由美国化学学会化学文摘社(Chemical Abstracts Service of American Chemical Society)简称 CAS 编辑出版,这是本刊继被俄罗斯文摘杂志(AJ)收录之后,又一次被国际检索系统收录,必将提高本刊在学术界的影响力。