

黄芩中天然防晒剂的索氏提取工艺研究

石春红, 郑有飞, 李红双, 肖 琼

(南京信息工程大学 环境科学与工程学院 江苏 南京 210044)

摘 要:以确定黄芩药材中总黄酮类化合物提取的最佳提取条件为目的。以黄芩总黄酮得率为参考指标,采用单因素试验和正交设计法对提取时间(4、5、6 h)、溶剂中乙醇用量(60、80、100 mL)以及物料粒径数(10~40、40~70、70目)等影响因素进行考察,确定最优提取条件。结果表明:提取黄芩药材中黄酮类成分的最佳提取方案为乙醇用量 100 mL,提取 6 h,物料粒径数为 40~70 目。通过方差分析发现 3 个因素对黄芩的提取影响都不显著。乙醇索氏提取法简便、省时、经济,在测定总黄酮时可以考虑用乙醇索氏法来提取。试验为防晒霜的配置提供了一定的试验基础。

关键词:黄芩;索氏提取;黄酮类化合物

中图分类号: S 567.5⁺3 文献标识码: A 文章编号: 1001-0009(2008)12-0187-03

黄芩(*Scutellaria baicalensis* Georgi)为唇形科植物黄芩的干燥根,具有清热燥湿,泻火解毒,抗氧化的作用^[1]。其主要成分有黄芩苷、黄芩素、汉黄芩苷、汉黄芩素等黄酮类化合物。此类黄酮类化合物具有抗紫外线的作用。对于黄芩中有效成分的提取其方法和提取工艺研究^[2-3]论述很多。该试验采用索氏提取器提取,设置了单因素和 L₉(3⁴)正交试验设计,以黄芩中的总黄酮类化合物的含量为指标,寻求乙醇索氏提取的最佳工艺条件。

1 仪器与药材

仪器:岛津 AEL-200 型电子分析天平, GKC-112 型数显控温水浴锅(上海浦东新区电仪仪器厂), DGG-9030 型电热恒温鼓风干燥箱(上海森信实验仪器有限公司),规格为 10、40、70 目的标准分样筛。脂肪抽出器,研钵。
药材:黄芩为市售药材(购自南京市益丰大药房)。无水乙醇为分析醇,水为蒸馏水。

2 试验方法

2.1 原料的预处理

将黄芩药材放入烘箱中烘干,取出经研钵研磨,分别过 10 目、40 目、70 目分样筛,备用。

2.2 黄芩提取方法

索氏提取法^[4]称取已过一定目数分样筛的样品约 1~2 g,然后将已经称好的样品转到事先称好重量(C)的

滤纸中(滤纸事先已烘干),严密地包好,包好的样品放入样盒中,在 105℃烘 2 h 后,放至干燥器中,冷至室温时称重(A),将称重的样品放入索氏提取器的中节内,即抽提桶里。在提取器的承受瓶中加入定量的无水乙醇,然后将承受瓶接上抽提桶,抽提桶上接上冷凝管,并使冷凝管与水相连。置于水浴上加热。加热一段时间后,停止加热,取出样包,让乙醇全部挥发掉,后放 105℃烘箱中烘干,取出,放至干燥器内冷却之后,再用分析天平称重(B)至恒重。其工作原理就是承受瓶中的乙醇受热蒸发,经冷凝管出冷凝成液体,回滴到抽提桶里浸泡样品,到一定量后,因虹吸原理又回到承受瓶,如此周而复始地抽提一段时间,可将样品中的黄酮类化合物提取出来。根据乙醇的沸点(78.5℃),设置提取温度为 90℃。影响黄酮类化合物萃取率的主要因素有提取时间,提取剂用量,物料粒径等。

2.3 单因素试验

2.3.1 索提时间对提取率的影响 精确称取 3 份黄芩样品(40~70 目),加入 100 mL 无水乙醇,在 90℃下提取时间分别为 4、5、6 h。后经冷却,乙醇挥发,分别称量提取后的重量,提取率的计算见 2.3.4。

2.3.2 索提无水乙醇量与提取率的关系 精确称取 3 份黄芩样品(40~70 目),在 90℃下,提取时间为 6 h,加入 100 mL 无水乙醇分别为 60、80、100 mL。后经冷却乙醇挥发。计算方法如 2.3.4。

2.3.3 粒径数与提取率的关系 分别精确称取 10~40 目,40~70 目,70 目样品各 1 份,在 90℃条件下,加入 100 mL 无水乙醇,提取 6 h。后经冷却,乙醇挥发。计算方法如 2.3.4。

2.3.4 提取率的计算 提取率(%)=(A-B)/(A-C)

第一作者简介:石春红(1980-),女,在读硕士,研究方向为生态环境。E-mail: why19790308@yahoo.com.cn.

通讯作者:郑有飞。E-mail: zhengyf@nuist.edu.cn.

收稿日期: 2008-07-19

×100。其 A, B, C 说明见 2.2

3 结果与讨论

3.1 单因素分析的最佳提取条件

3.1.1 提取时间对提取率的影响 以提取时间为横坐标, 提取率为纵坐标(图 1)。由图 1 可见, 随着时间的延长, 提取率越高, 但是考虑到时间越长越耗时, 故采取 6 h 为提取时间。

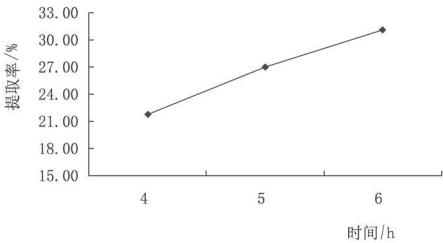


图 1 黄芩萃取液索提时间与提取率的关系

3.1.2 乙醇量的选择 以提取无水乙醇量为横坐标, 提取率为纵坐标(图 2)。由图 2 可知, 从 60 mL 到 100 mL 其提取率是随着用量的增大是增加的。说明萃取剂用量过小时, 萃取效率低, 会损失大量的有效成分, 但若萃取剂用量过大, 则会给浓缩工作带来负担。因此该试验选取最大乙醇量为 100 mL。

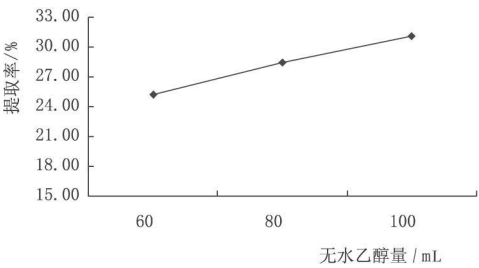


图 2 黄芩萃取液无水乙醇用量与提取率的关系

3.1.3 粒径数与提取率的关系 以粒径数为横坐标, 提取率为纵坐标(图 3)。由图 3 可知, 越粗越细都不好, 只有在 40~70 目间其提取率比较高。

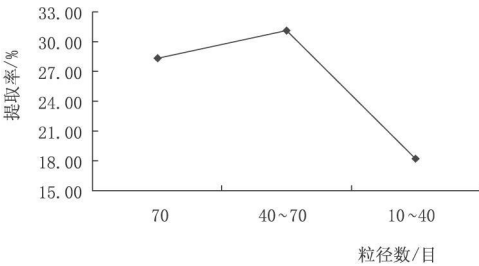


图 3 黄芩粒径数与提取率的关系

3.2 正交实验方案设计

根据黄芩有效成分的性质及初步预实验结果, 选取无水乙醇量, 回流时间, 粒径数 3 个因素, 每个因素选取 3 个水平, 按 $L_9(3^4)$ 正交表安排实验。以黄芩总黄酮得率为参考指标, 进行黄芩提取工艺优选。试验分析见表 2、3。

表 1 因素水平表

| 水平 | 因素 | | |
|----|---------|----------|------------|
| | A 粒径数/目 | B 提取时间/h | C 无水乙醇量/mL |
| 1 | 10~40 | 4 | 60 |
| 2 | 40~70 | 5 | 80 |
| 3 | 70 | 6 | 100 |

表 2 $L_9(3^4)$ 实验安排及实验结果

| 序号 | 因素 | | | | 提取率 / % |
|------|-------|-------|-------|-------|---------|
| | A | B | C | D | |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 16.80 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 | 21.21 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 | 31.09 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 | 24.49 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 | 29.6 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 | 17.48 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 2 | 20.44 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 3 | 28.44 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 | 20.67 |
| Ij | 23.03 | 20.58 | 20.91 | 22.36 | |
| IIj | 23.86 | 26.42 | 22.12 | 19.71 | |
| IIIj | 23.18 | 23.08 | 27.04 | 28.01 | |
| Rj | 0.83 | 5.84 | 6.13 | 8.3 | |

表 3 方差分析

| Source | Type III Sum of Squares | df | Mean Square | F | Sig. |
|-----------------|-------------------------|----|-------------|--------|-------|
| Corrected Model | 116.005(a) | 6 | 19.334 | 0.359 | 0.861 |
| Intercept | 4 910.272 | 1 | 4 910.272 | 91.132 | 0.011 |
| A | 1.154 | 2 | 0.577 | 0.011 | 0.989 |
| B | 51.506 | 2 | 25.753 | 0.478 | 0.677 |
| C | 63.345 | 2 | 31.673 | 0.588 | 0.63 |
| Error | 107.762 | 2 | 53.881 | | |
| Total | 5 134.039 | 9 | | | |
| Corrected Total | 223.767 | 8 | | | |

注: $F_{0.05}(2, 2)=19$, $F_{0.01}(2, 2)=99$, $F_{0.1}(2, 2)=9$ 。

由表 2、3 可知, 极差分析的结果表明各因素对黄芩提取影响的大小顺序为 $D>C>B>A$, 即无水乙醇量对黄芩提取的影响大于提取时间和粒径数对黄芩提取的影响。表明无水乙醇用量为重要因素; 在试验设计范围里黄芩提取工艺的最佳条件为 $A_2B_2C_3$ 。由方差分析可知 3 个因素对提取没有显著性影响, 综合考虑得黄芩提取工艺的最佳条件为 40~70 目的黄芩样品, 提取 5 h, 无水乙醇量为 100 mL。该试验为制配防晒霜提供了实验基础。

参考文献

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中国药典一部[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 211-212.
[2] 黎万寿, 陈幸. 黄芩苷提取工艺研究[J]. 中草药, 2000, 31(2): 107-108, 108.
[3] 巩喜姣, 薛志宏, 何刚. 黄芩苷生产工艺研究[J]. 中医药学报, 2000 (3): 47.

野生肉苁蓉中十种微量元素含量分析

徐 芳¹, 芮玉奎²

(1. 北京联合大学 生物化学工程学院生物制药系, 北京 100023; 2. 中国农业大学 资源与环境学院 北京 100094)

摘 要: 分析了新疆产野生肉苁蓉中微量元素的含量。结果表明: 野生肉苁蓉中微量元素 Li、Mn、Fe、Cu、Zn、Se、Sr、Mo、I 和 Ca 中含量在 20 μg/g ° DW 以上的有 Mn、Fe、Zn、Sr 和 Ca, 含量最高的是 Ca(2 445.712 μg/g ° DW); 其余 5 种元素的含量在 170~4 500 ng/g ° DW 之间。微量元素在野生肉苁蓉中的积累除了自身的吸收分配特性以外, 还要受土壤特性、环境因素的影响, 微量元素的积累机理及其与肉苁蓉药理作用的关系还需要进一步研究。

关键词: 肉苁蓉; ICP-MS; 微量元素
中图分类号: S 567.23⁺9 **文献标识码:** B **文章编号:** 1001-0009(2008)12-0189-02

肉苁蓉是传统的名贵中药材, 是重要的补肾壮阳类药材。肉苁蓉主要具有增强免疫力、补肾壮阳、抗寒、抗疲劳和抗衰老、通便和调节循环系统等药理作用, 同时还可以保护肝脏、改善性功能障碍和健忘^[1]。当前肉苁蓉有效成分研究较多的有生物碱、黄酮类、苯乙基糖苷、环烯醚萜苷等^[2], 但是肉苁蓉的作用机理还不是很明

确, 特别是微量元素在肉苁蓉的药效中的作用更是引起了人们的重视。以新疆产野生肉苁蓉为原料, 通过 ICP-MS 分析了微量元素的含量, 为肉苁蓉的药理研究提供数据支持。

1 材料与方法

1.1 试验材料与仪器

材料: 野生肉苁蓉采自新疆阿勒泰地区, 选取均匀一致的, 先用自来水清洗去除尘土, 再用去离子水冲洗 3 次, 晾干, 85 °C 恒温烘干, 粉碎, 待测。仪器: PQ Excell 电感耦合等离子体质谱仪(TJA Solutions, USA)。

1.2 试验方法

第一作者简介: 徐芳(1974-), 女, 博士, 讲师, 现主要从事生物学检测方面的研究工作。
通讯作者: 芮玉奎 E-mail: ruiyukui@163.com。
收稿日期: 2008-07-16

[4] 李合生. 植物生理生化实验原理和技术[M]. 北京: 高等教育出版社, 2000: 225-227.

Research on the Extraction of Natural Sunscreen from the Radix Scutellariae by Soxhlet Extraction

SHI Chun-hong ZHENG You-fei LI Hong-shuang XIAO Qiong

(College of Environmental Science and Engineering, Nanjing University of Information Science and Technology, Nanjing, Jiangsu 210044, China)

Abstract: To ascertain the optimized condition for extraction of flavones from Radix Scutellariae. The contents of flavonoids were taken as the indices and were determined. The extracting time(4 h, 5 h, 6 h), volume of ethanol (60 mL, 80mL, 100 mL) and the size of materials(10~40, 40~70, 70)were analyzed by orthogonal design and univariate; The optimized condition were as follows:extraction time was 6 h, size of materials was 40~70, extraction volume was 100 mL. Ethanol Soxhlet extraction method was simple, effective and practical, and can be used to determine the total flavones from Radix Scutellariae when necessary.

Key words: Radix scutellariae; Soxhlet extraction; Flavonoids