

愈风宁心片中葛根总黄酮的提取工艺研究

张永煜 陈晓华 孙锐杰(沈阳药科大学 沈阳 110015)

张蔚君 燕楠(空军 463 医院 沈阳 110042)

葛根为豆科植物野葛 *Pueraria lobata* (Willd.) Ohwi 的干燥根,性平味甘、辛,习用解肌退热,生津止渴,透发斑疹^[1]。近年研究发现,葛根中总黄酮具有扩张冠状动脉,增加冠状动脉血流量以及降低心肌耗氧量等作用^[2]。中国药典 1995 年版一部新收载的愈风宁心片^[3],即为葛根总黄酮浸膏片。目前国内对葛根的工业提取还主要限于醇提取法^[3,4],此法乙醇耗量大,周期长,成本高。为此,我们对葛根总黄酮提取工艺进行了改进研究。用正交试验方法,考察了影响总黄酮提取率的 4 个主要因素:回流时间,醇沉 pH,醇沉浓度及放置时间,应用 $L_9(3^4)$ 正交表进行实验(每次实验均重复 3 次),取得了较满意的结果。

1 材料

葛根为鞍山第一制药厂生产用药材,葛根素(中国药品生物制品检定所提供),试剂均为分析纯。

2 方法

根据黄酮结构中酚羟基易溶于硷水的性质,我们应用饱和的氢氧化钙水溶液,分别以 8 倍量提取 1 次及 6 倍量提取 2 次。含量测定参照文献^[5],采用分光光度法测定葛根提取物中总黄酮含量。

3 正交试验

3.1 正交试验 利用 $L_9(3^4)$ 正交表进行试

表 1 试验因素水平表

水平	因 素			
	回流时间(h)	醇沉 pH	醇沉浓度(%)	放置时间(h)
	A	B	C	D
1	5	9	70	12
2	1.5	5	65	0.5
3	2	2	60	2

验,见试验因素水平表、正交试验表及方差分析表。

表 2 $L_9(3^4)$ 正交试验表

实 验 号	列 号				提取物纯度、收率	
	A	B	C	D	纯度 (%)	收率(%) 减 4
1	1	1	1	1	33.33	0.97
2	1	2	2	2	29.28	5.34
3	1	3	3	3	40.62	2.27
4	2	1	2	3	45.29	1.12
5	2	2	3	1	30.36	3.50
6	2	3	1	2	38.30	3.12
7	3	1	3	2	31.58	1.40
8	3	2	1	3	36.02	3.56
9	3	3	2	1	33.40	5.00
K_1	8.58	3.49	7.65	9.47		
K_2	7.74	12.40	11.46	9.86		
K_3	9.96	10.39	7.17	6.95		
$\bar{K}_1$	2.86	1.16	2.55	3.16		
$\bar{K}_2$	2.58	4.13	3.82	3.29		
$\bar{K}_3$	3.32	3.46	2.39	2.32		
R	0.74	2.97	1.43	0.97		
S	0.84	14.56	3.86	1.66		

表 3 收率方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	均方	F 值	显著性
A	14.56	2	7.28	17.33	$P < 0.1$
B	3.68	2	1.84	4.38	$P > 0.1$
C	1.66	2	0.83	1.98	$P > 0.1$
误差	0.84	2	0.42		
$F_{1-0.1}(2,2)=9.00$					

3.2 提取时间的进一步考察 $L_9(3^4)$ 试验表明,回流时间以 2h 为较优条件,我们采用

正交试验优选出的最佳工艺条件,在以 2h 煮提的基础上又进行了如下的补充实验,结果见表 4。

表 4 提取时间的再考察

煮提次数与时间	结 果	
	纯度(%)	收率(%)
2h 2 次	51.29	7.00
2h、1h 各 1 次	54.49	7.38
2h、1h、0.5h 共 3 次	58.60	9.41

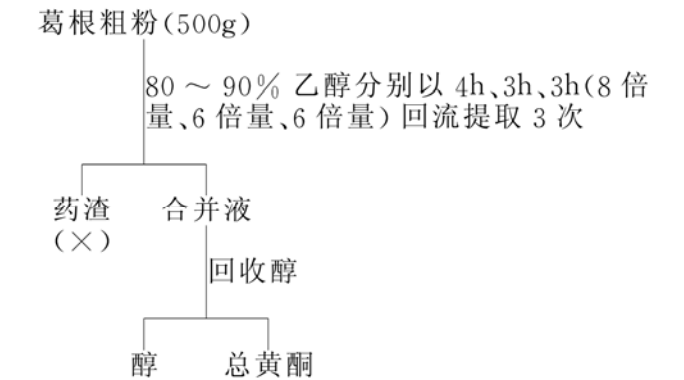
进一步考察提取时间的结果表明,以 2h、1h、0.5h 煮提 3 次为更优条件。

4 结果与讨论

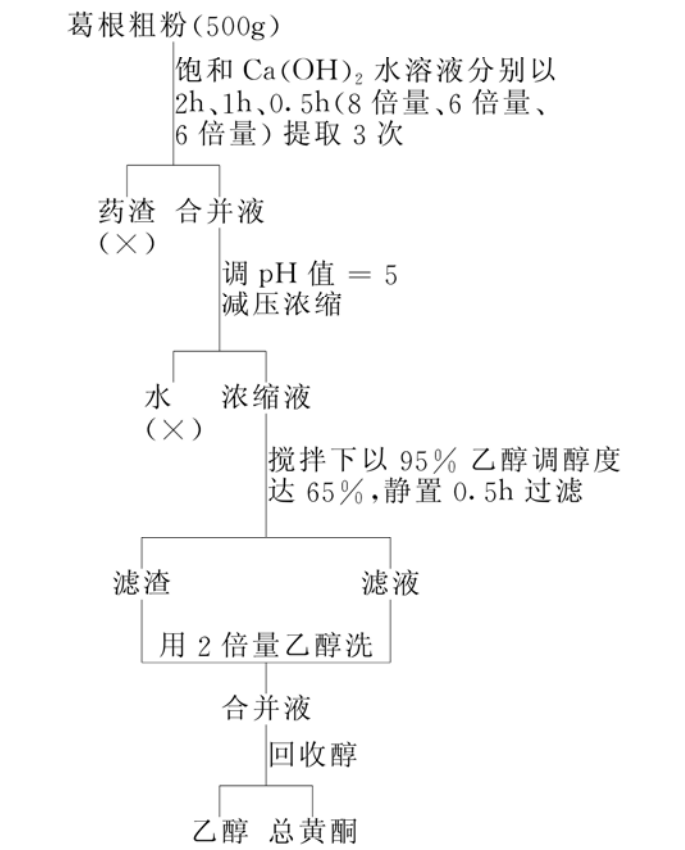
4.1 根据正交设计分析与弥补实验,优选出了葛根总黄酮的最佳提取工艺条件为 A₃、B₂、C₂、D₂,即回流时间为 2h、1h、0.5h;醇沉 pH 为 5;醇沉浓度为 65%;放置时间为 0.5h。根据实际工作需要,如果只考虑总黄酮纯度,也可采用 A₂、B₂、C₂、D₃ 的工艺条件。同时提示,影响提取收率的主要因素是醇沉淀时的 pH 值,当因素 B 为水平 1 的条件时,收率均低于其它条件。

4.2 为验证直观分析结果,对实验数据进行了方差分析。由于因素 A 的离差平方和相对较小,故将它的离差平方和作误差估计值。方差分析结果表明,被考查的诸因素中,因素 B 即醇沉淀时 pH 值的大小对收率的影响具有其显著性意义,其次是因素 C,因素 D 对收率的影响不大。这与直观分析的结论是一致的。

4.3 老工艺流程



4.4 新工艺流程



4.5 新工艺耗醇量仅为老工艺的 25%。老工艺的生产周期是新工艺的 1.5 倍。新工艺的收率比老工艺收率提高了 2%。新工艺总黄酮纯度比老工艺提高了 6%。

参考文献

1 成都中医学院. 中药鉴定学. 上海:上海科学技术出版社,1980. 89
2 方起程,林茂,孙庆民,等. 葛根黄酮的研究. 中华医学杂志,1974,54(5):271
3 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典. 北京:人民卫生出版社,1995. 630
4 顾学裘. 药物制剂注解. 北京:人民卫生出版社,1981. 811
5 沙世炎. 中草药有效成分分析法. 上册. 北京:人民卫生出版社,1982. 216

(收稿:1998-10-06)