

丹参的微波提取研究*

朱晓薇¹ 郭俊华¹ 高卫东¹ 蔡刚¹ 褚治德² 孟宪玲² 焦士龙²

(1. 天津中医学院, 天津 300193 2. 天津大学, 天津 300072)

摘要 [目的] 研究用微波提取丹参优化工艺。[方法] 以丹参的脂溶性成分丹参酮ⅡA和水溶性成分丹参素、原儿茶醛为指标,用均匀试验设计法对丹参的微波提取工艺进行优化。并与传统工艺比较。[结果] 丹参以6倍量95%乙醇、微波功率320 W提取30 min,药渣再以12倍量水,320 W微波提取两次对丹参酮ⅡA,丹参素和原儿茶醛三种指标成分的提取量,相当于或优于现行法的提取量。[结论] 用微波提取丹参酮ⅡA较易,而对水溶性成分丹参素和原儿茶醛相对所需时间较长。

关键词 丹参 提取 微波

中图分类号 R284.2 文献标识码 A 文章编号 :1672-1519(2005)03-0243-03

提取是中药制剂生产的第一步,是中药研究中的重要环节,提取工艺的好坏不但与产品疗效有关,还直接影响物耗、成本与环境。传统的提取方法普遍存在提取时间长、能耗高的缺点。新型的提取工艺亟待开发。微波提取是一项新兴的技术,具有加热升温快、能耗低、选择性好等特点。为此,笔者进行了丹参的微波提取工艺研究,探索新技术在丹参提取工艺中的应用。以丹参的脂溶性成分丹参酮ⅡA和水溶性成分丹参素、原儿茶醛为指标,用均匀试验设计法对丹参的微波提取工艺进行优化,运用HPLC测定丹参微波提取液与传统提取液的三种指标成分的含量,探索微波提取丹参的优化工艺条件,为微波提取丹参的工业化生产提供实验数据。

1 实验材料

HP1100 高效液相色谱仪(包括 G1311A-四元泵, G1322A-脱气机, G1316A-柱温箱, I314A-UV 可变波长检测器), HPLC Rev. A.0501 化学工作站; JY1002 分析天平(上海精密科学仪器有限公司); AX205 METTLER TOLEDO 分析天平(瑞士); MG-5530S 微波炉(LG公司,韩国)。

丹参药材,天津中医学院第一附属医院药厂提供。

丹参素、原儿茶醛、丹参酮ⅡA对照品,购于中国药品生物制品检定所。

HPLC 试剂均为色谱纯。

* 基金项目:天津市科技发展计划项目(033180611)

作者简介:朱晓薇(1955-),女,副教授,主要从事中药制剂及新药研究。

2 实验方法及结果

2.1 分析方法

2.1.1 色谱条件

丹参酮ⅡA:Hypersil(英国进口原装柱)ODS(5 μm)4.6 mm×250 mm;流动相:甲醇-水(75:25)^[1],流速为1.0 mL/min,检测波长为270 nm,柱温:室温。

丹参素:Hypersil(英国进口原装柱)ODS(5 μm)4.6 mm×250 mm,流动相:甲醇-0.5%醋酸水-乙腈(2.5:92.0:5.5),流速为1.0 mL/min,检测波长为281 nm,柱温25℃。

原儿茶醛:色谱条件同丹参素。

2.1.2 标准液的配制及线性关系考查

丹参酮ⅡA:精密称取丹参酮ⅡA 1.19 mg,以甲醇稀释定容至5 mL,浓度为0.238 mg/mL,作为母液。取母液2 mL,以甲醇稀释定容至10 mL,浓度为47.6 μg/mL。

丹参素:精密称取丹参素 1.23 mg,以1%的醋酸水稀释定容至5 mL,浓度为0.246 mg/mL。取此标准溶液分别进样2、4、6、8、10 μL。以峰面积(Y)为纵坐标,进样量(X)为横坐标作图,得丹参素的回归方程为 $Y = 629.8X - 2.3$,线性范围1.257~6.296 μg,相关系数 $r = 0.9999$ 。

原儿茶醛:精密称取原儿茶醛 1.37 mg,以1%的醋酸水稀释定容至5 mL,浓度为0.274 mg/mL,作为母液。取母液1 mL,以1%的醋酸水定容至10 mL,浓度为27.4 μg/mL。取此标准溶液分别进样2、4、6、8、10 μL。以峰面积(Y)为纵坐标,进样量(X)为横坐标作图,得原儿茶醛的回归方程为 $Y =$

3 834.9X-9.2,线性范围为 7.661~38.340 μg ,相关系数 $r=0.9999$ 。

2.1.3 精密度考察

取水提样品一份,依法测定,每次进样 10 μL ,共测 6 次。丹参素 RSD 为 0.62%,原儿茶醛 RSD 为 0.90%,结果见表 1。

表 1 丹参素和原儿茶醛的精密度试验

序号	丹参素含量	原儿茶醛含量	RSD(%)	
	(mg)	(mg)	丹参素	原儿茶醛
1	21.50	1.96		
2	21.28	1.94		
3	21.30	1.98	0.65	0.90
4	21.42	1.96		
5	21.45	1.96		
6	21.66	1.93		

2.2 丹参提取方法

2.2.1 丹参传统法提取

称取已粉碎的丹参药材 10 g,加 95%的乙醇 6 倍,回流提取 1.5 h,过滤,量定滤液体积。药渣加 70%乙醇 4 倍,回流提取 1.1 h,过滤,量定滤液体积。再将药渣加蒸馏水 8 倍,回流提取两次,2 h/次,过滤,滤液合并后量定体积。实验结果见表 2。

表 2 传统法提取试验

成分	提取量				平均值
	1	2	3	4	
丹参酮 II A	20.06	12.29	17.80	22.18	18.08
丹参素	19.59	14.29	23.41	26.63	20.98
原儿茶醛	2.53	1.06	2.36	1.93	1.97

2.2.2 丹参微波提取

称取已粉碎的丹参药材 10 g,放入经改造的微波炉中进行回流提取,按照拟定条件先醇提,药渣再水提。

2.2.2.1 丹参脂溶性成分 对于丹参脂溶性成分的微波提取,从节省能源、节省时间出发,经多次试验确定实验条件为 6 倍量 95%乙醇微波提取 30 min,微波功率 320 W。

2.2.2.2 丹参水溶性成分 采用均匀设计法,以影响有效成分提取的加水量,提取时间,微波功率为因素,各因素取三个水平,探求微波提取丹参水溶性成分的较佳工艺。用均匀设计 3.0 版软件筛选出 $U_6^*(3^3)$ 表安排实验,因素水平表、均匀设计实验设计及结果见表 3、表 4。

表 3 丹参水溶性成分提取因素水平表

因素	水平		
	1	2	3
水量	8,8	10,10	12,12
提取时间(min)	30	40	50
微波功率(w)	320	480	640

表 4 均匀设计实验设计及结果

序号	丹参	加水量	提取时间	微波功率	丹参素含量	原儿茶醛含量
	(g)	(min)	(w)	(mg)	(mg)	
	X_1	X_2	X_3	Y_1	Y_2	
1	10	8,8	40	320	11.10	1.48
2	10	8,8	30	480	9.08	0.92
3	10	10,10	50	640	15.38	1.97
4	10	10,10	30	320	12.93	1.56
5	10	12,12	50	480	22.08	2.26
6	10	12,12	40	640	21.04	1.96

用均匀设计 3.0 版软件中自选变量法进行数据分析,结果如下:

对因变量丹参素提取量 Y_1 采用多元逐步回归法进行分析,得回归方程 $Y_1=0.538533+0.253508X_1+0.013256X_2$,复相关系数 $r=0.9856$ 。

对因变量原儿茶醛提取量 Y_2 采用多元逐步回归法进行分析,得回归方程 $Y_2=0.143066+0.021725X_1+0.003970X_2+0.000121X_3$,复相关系数 $r=0.9992$ 。

根据回归方程,求出 Y_1 、 Y_2 的最优组合,并在此基础上进一步对 Y_1 、 Y_2 进行综合分析,得出综合最优组合: $X_1=12,12$, $X_2=50$, $X_3=320$ 。

结果,此均匀设计试验中,以丹参素和原儿茶醛为指标成分,以 12 倍量的水提取两次,50 min/次,微波功率 480 W 的条件下含量最高。

2.2.3 验证实验

用均匀设计优选出的条件(方程优化条件)进行验证实验。称取已粉碎的丹参药材 10 g,加 95%的乙醇 6 倍,微波回流提取 30 min,过滤,量定体积。药渣加蒸馏水 12 倍,回流提取 2 次,50 min/次,过滤,量定体积,测定含量,得含量 1。根据实验经验和回归方程,将上述条件之水提时间增加至 60 min(方程外推条件),其他皆同,测定含量,得含量 2。结果见表 5。方程外推条件比方程优选条件含量为高,表明方程对实验条件的选择有预测和指导作用。

表 5 优化条件提取试验

序号	提取量		
	丹参酮 II A	丹参素	原儿茶醛
1	18.15	21.45	1.96
2	18.15	24.05	2.42

2.3 传统提取法与微波提取法的含量比较

传统提取法与微波提取法提取量见表6。

表6 传统提取法与微波提取法比较 mg

成分	提取量	
	传统法	微波法
丹参酮IIA	18.08	18.15
丹参素	20.98	22.75
原儿茶醛	1.97	2.19

由表可知,微波法对丹参酮IIA,丹参素和原儿茶醛这三种指标成分的提取量,相当于或优于传统方法的提取量。

3 结论与讨论

实验结果表明丹参以6倍量95%乙醇、微波功率320W提取30min,药渣再以12倍量水320W微波提取两次对丹参酮IIA,丹参素和原儿茶醛这3种指标成分的提取量,相当于或优于现行法的提取量,表明微波的提取效率高,提取时间短。这是由于微波加热方式为选择性加热,水对微波吸收能力大。微波能使植物细胞中的水分或有机溶剂迅速升温,升压,细胞壁穿孔,使成分从细胞中溶出^[2]。这与传统提取方法依靠细胞内外溶液的浓度差与渗透压差使药物成分透过细胞壁半透膜溶出的方式

不同。

微波技术应用于中药提取具有穿透力强、选择性高等显著的特点。但是这种方法有一定局限性,一是只适用于对热稳定的成分,如寡糖、多糖、生物碱、黄酮、苷类等,对于热敏性物质,如蛋白质、多肽、酶等,微波加热容易导致它们变性失活;二是要求被处理的物料具有良好的吸水性,否则细胞难以吸收足够的微波将自身击破,成分也就难以迅速释放出来。微波对不同的植物细胞或组织有不同的作用。从实验中可看到,用微波提取丹参酮IIA较易,而对水溶性成分丹参素和原儿茶醛所需时间相对较长,这可能是各成分在植物中所处的位置不同所致。

本实验仅是从微波提取丹参单味药进行研究,如在复方中还需考虑微波对其他药物提取的影响,微波用于中药提取还刚刚开始,许多问题有待于进一步研究。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中国药典[M]. 化学工业出版社, 2000. 57.
- [2] Pare J. R. J Sigouin M Lapointe J. Microwave assisted natural products extraction United States Patent, 1991, US5002,784.

(收稿日期 2005-03-11)

Microwave Extraction of Radix Salviae Miltiorrhizae

ZHU Xiao-wei GUO Jun-hua GAO Wei-dong et al

(Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300193, China)

Abstract [Objective] To study the optimizing technics of the extraction of Radix Salviae Miltiorrhizae with microwave. **[Methods]** Taking Tanshinone IIA (liposoluble component), Radix Salviae Miltiorrhizae elements (water-soluble component) and catechu aldehyde as the indexes a method of uniform experimental design was applied to optimize the technics of microwave extraction and compared with the traditional technics. Radix Salviae Miltiorrhizae was extracted for 30 minutes with of 95% alcohol of 6-fold amount and microwave power of 320 w first, then the drug residue was extracted twice with water of 12-fold volume and 320 w microwave. **[Results]** The extracted amount of three components is equal or superior to that extracted by the method being used now. **[Conclusion]** The extract of Radix Salviae Miltiorrhizae ketone IIA with microwave is easy, but a relative longer time is needed for extracting Radix Salviae Miltiorrhizae elements and catechu aldehyde.

Key words Radix Salviae Miltiorrhizae; microwave extraction; optimizing technics

2005年《天津中医学院学报》征订启事

《天津中医学院学报》由天津教育委员会主管,天津中医学院主办,为综合性中医药学术期刊,是天津市教委中心核心期刊。本刊理论与实践并举,继承与发展并重,设有理论探讨、中医教学、实验研究、研究生园地、雏鹰之窗、中医药在海外、中西医结合、临床报道、针灸与推拿、临证心得、综述等栏目。

本刊为季刊,每季末月15日出版,每期定价4元,全年16元(4本)。国内外公开发行人,国内读者在全国各地邮局均可订阅,邮发代号6-153。漏订者可直接向本编辑部办理订阅,地址:天津市南开区玉泉路88号,邮编:300193,电话:(022)23051018,传真:(022)27470216, E-mail: xuebaobj@tjutcm.edu.cn.