

微波提取巴戟天中草药中蒽醌含量的应用研究

高岐 (韶关学院化学与环境工程学院, 广东韶关 512005)

摘要 [目的] 优化微波提取巴戟天中蒽醌的提取工艺。[方法] 以氯仿为溶剂, 微波法提取中药材巴戟天中的蒽醌, 以1,8-二羟基蒽醌为对照品, 采用分光光度法测定其含量, 正交试验研究料液比、提取功率、提取时间对蒽醌提取效果的影响, 确定最佳提取条件, 并与水浴加热回流法进行比较。[结果] 各因素对蒽醌提取效果的影响由大到小依次为: 料液比>提取功率>提取时间。与传统提取法相比, 微波法分解速度快, 试剂用量少, 提取效率高, 所测结果的准确度和精密度好, 经t检验和F检验, 2种方法的结果没有显著性差异。[结论] 微波法提取巴戟天中蒽醌的最佳提取条件为: 料液比1.7(g/ml), 提取功率616 W, 提取时间8 min。

关键词 巴戟天; 蒽醌; 微波; 提取效率

中图分类号 S567.23+9 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2008)21-09115-01

Study on the Extraction of Anthraquinone from *Morinda officinalis* How by Microwave Method

GAO QI (College of Chemistry and Environmental Engineering, Shaoguan University, Shaoguan, Guangdong 512005)

Abstract [Objective] The aim of the research was to optimize the extraction technology of anthraquinone from *Morinda officinalis* How by microwave method. [Method] Using the chloroform as solvent, the anthraquinone was extracted from Chinese medicinal materials by microwave method. With 1,8-dihydroxyanthraquinone as reference substance, the anthraquinone content was determined by spectrophotometry. The influences of material-liquid ratio, extraction power, extraction time on the extraction effect of dihydroxyanthraquinone were studied through orthogonal test. The optimum extraction conditions were confirmed and it was compared with that by bath heating and refluxing method. [Result] The effects of each factor on the extraction effects of dihydroxyanthraquinone in order were as follows: material-liquid ratio > extraction power > extraction time. Compared with traditional extraction method, extracting by microwave method had such advantages as fast decomposition rate, little reagent dose, high extraction efficiency and the determined results had good accuracy and precision. The results of t test and F test showed that there was no significant difference between the results of 2 kinds of methods. [Conclusion] The optimum extraction conditions of dihydroxyanthraquinone from *M. officinalis* by microwave method were as follows: material-liquid ratio of 1.7, extraction power of 616 W and the extraction time of 8 h.

Key words *Morinda officinalis* How; Anthraquinone; Microwave; Extraction efficiency

利用微波法提取巴戟天中蒽醌, 以1,8-二羟基蒽醌为对照品, 采用分光光度法测定其含量, 通过正交试验考察了料液比、提取功率、提取时间等因素对蒽醌提取效果的影响, 并与经典的水浴加热回流法^[1-2]进行比较。结果表明, 微波法有着较好的精密度和准确度, 且溶剂耗量小、速度快、提取效率高, 节约了人力、物力, 大大提高了测定的速度。

1 材料与方

1.1 材料 美的牌KJ23C-AN2型微波炉(广东美的微波炉制造有限公司), WFJ200型分光光度计(尤尼柯上海仪器有限公司), 电热恒温水浴锅(HHSZ1-6, 北京长安科学仪器厂)。巴戟天样品(购于韶关市广客隆商场, 粉碎, 过80目筛); 1,8-二羟基蒽醌对照品(购于中国药品生物制品检定所); 乙醚, 氨水, 氢氧化钠, 氯仿, 以上试剂均为分析纯; 试验所用水均为去离子水。

1.2 方法

1.2.1 标准曲线的绘制。称取30.0 ng 1,8-二羟基蒽醌对照品于250 ml容量瓶中用乙醚溶解并稀释至刻度。精密量取上述标准溶液1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 ml, 放入50 ml容量瓶中。在水浴上蒸去乙醚, 再加(5% NaOH 2% NH₃·H₂O = 1:1)混合碱溶液至刻度, 摇匀, 静置30 min, 以试剂为空白, 在分光光度计上490 nm波长处测定吸光度。以吸光度A为纵坐标, 浓度C为横坐标, 绘出标准曲线。

1.2.2 水浴加热回流法提取、测定巴戟天中蒽醌。称取巴戟天样品2.000 0 g左右, 置于250 ml的圆底烧瓶中, 加入100 ml氯仿于水浴上回流, 水浴温度控制在约85℃; 1 h后补加40 ml氯仿, 再继续回流1 h, 过滤, 加入5%氢氧化钠-2%氢氧

化铵溶液溶解, 定容50 ml, 静置30 min后, 以试剂为空白, 在490 nm波长处测定吸光度, 并计算含量。

1.2.3 微波法提取和测定巴戟天中蒽醌。称取一定量的巴戟天样品, 于聚四氟乙烯消解罐中, 加入一定体积的氯仿后密封, 放入微波炉中, 根据设置的功率、时间和料液比, 提取一定时间后, 取出, 冷却至室温, 开罐, 过滤, 其他同“1.2.2”方法。

2 结果与分析

2.1 正交试验 选择影响提取结果因素: 料液比、提取功率、提取时间, 利用正交试验, 确定微波提取测定的最佳条件。正交试验方案设定见表1。

表1 正交试验方案

Table 1 Scheme of the orthogonal test

水平 Level	A 料液比 g/ml Material-liquid ratio	B 功率 W Power	C 时间 min Time
1	1.5	264	8
2	1.6	440	9
3	1.7	616	10

由正交试验结果的极差分析得知, 各因素影响提取结果顺序为A>B>C, 最佳提取条件为A₃B₃C₁。

2.2 微波法与常规法测定比较 用常规的水浴加热回流法和微波方法分别进行平行测定, 结果见表2。

表2 试验结果分析

Table 2 Analysis of the test results

测定方法 Determination methods	平均值 Mean	RSD %	置信区间 Confidence interval	置信度 Confidence degree %
微波法 Microwave method	0.169	0.86	(0.169 0.002)	95
常规法 Conventional method	0.165	0.23	(0.165 0.002)	95

作者简介 高岐(1955-), 男, 河南开封人, 教授, 从事中草药化学方面的研究。

收稿日期 2008-04-28

(下转第9117页)

图3可知,提取时间在30 min时总生物碱提取率最大。由图4可知,提取率在20~40℃时随温度的升高而增加,当温度达到40℃以后提取率的增长幅度不是很大,而且温度过高,活性成分易受到破坏,杂质增多且造成溶剂量损失和能量的浪费,所以综合考虑各种因素和实际情况提取温度应以40℃为宜。

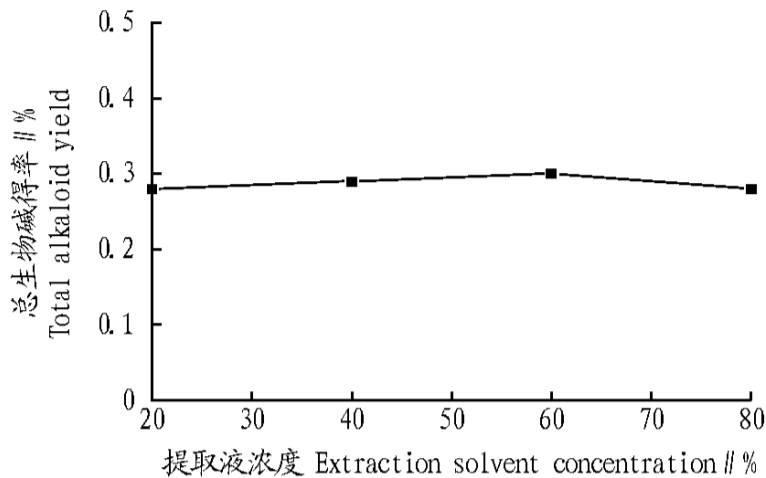


图1 提取液浓度对总生物碱得率的影响

Fig.1 Effects of extract concentration on the total alkaloid yield

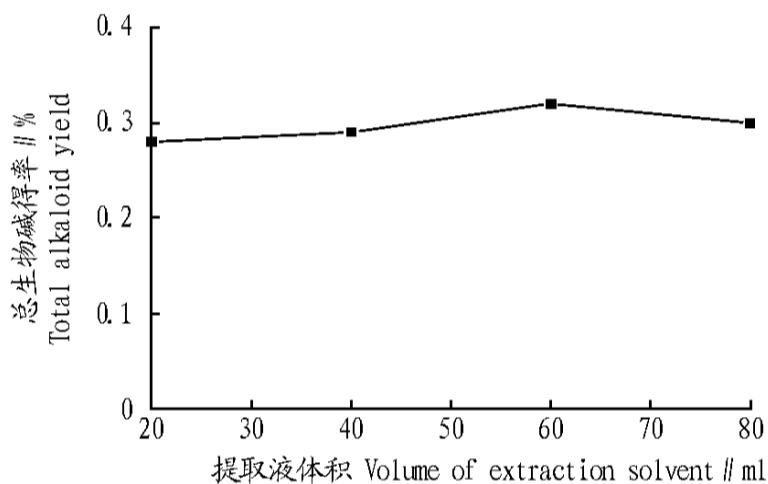


图2 料液比对总生物碱得率的影响

Fig.2 Effects of solid-liquid ratio on the total alkaloid yield

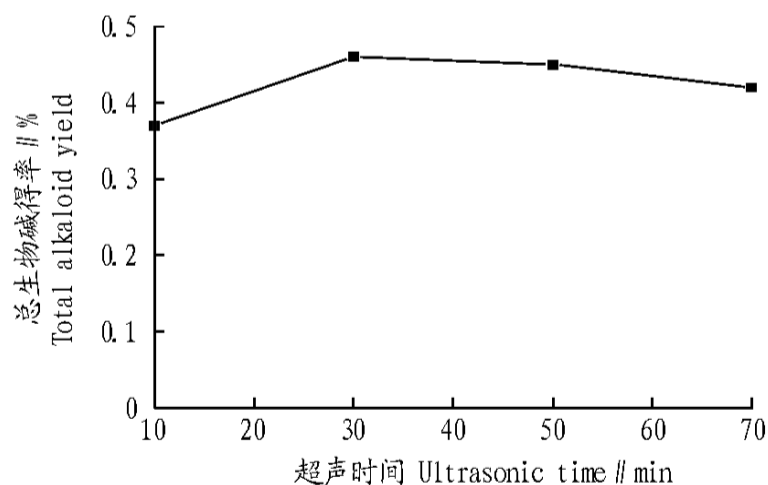


图3 超声时间对总生物碱得率的影响

Fig.3 Effects of ultrasonic time on the total alkaloid yield

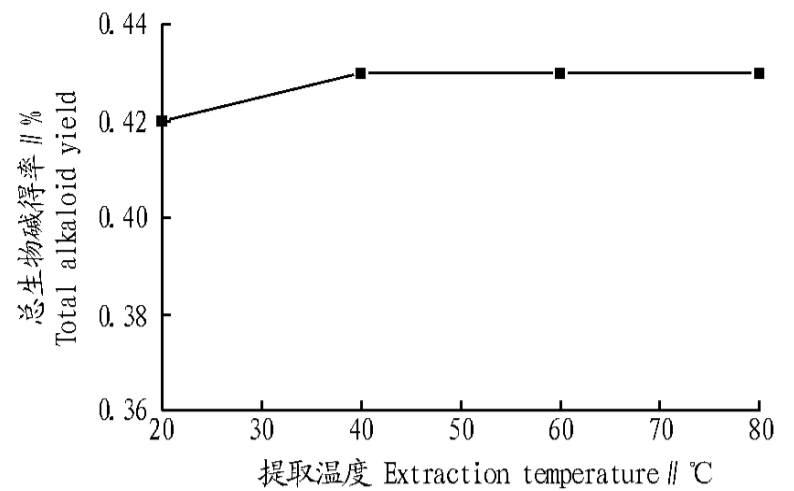


图4 提取温度对总生物碱得率的影响

Fig.4 Effects of extraction temperature on the total alkaloid yield

2.2 正交试验结果 由表2可见,因素主次关系为:B>A>D>C,试验最优方案为A₂B₂C₁D₂,即60%乙醇,料液比1:10,超声温度为40℃,超声时间为30 min,此时,总生物碱得率最高。根据方差分析结果, $F_{0.01(2,2)} = 99$, $F_{0.05(2,2)} = 19$, $F_{0.1(2,2)} = 13$,A、B的F值分别为104、165,可见A、B为极显著影响因素,因此要确定乙醇浓度和控制超声时间。

2.3 验证性试验结果 取适量粉碎后的药材,在正交试验所得优化提取工艺条件下进行验证试验,3次平行,得到总生物碱得率为0.51%。

3 讨论

以总生物碱为指标的正交试验结果表明最优方案为A₂B₂C₁D₂,即60%乙醇,超声30 min,10倍溶剂和40℃。在4个因素中,乙醇浓度和超声时间是影响生物碱总得率最重要的因素,以60%乙醇超声30 min为佳;超声温度对生物碱得率有一定影响,但进一步提高温度对总生物碱的得率影响不大,以40℃为宜;料液比为不显著影响因素,为节省提取溶剂和缩短提取时间,可选择10倍溶剂。

参考文献

- [1] 冉先德. 中华药海 M. 哈尔滨: 哈尔滨出版社, 1993: 1467.
- [2] 邹恩济, 白音夫, 秦书真, 等. 蒙药草乌炮制研究 J. 中成药, 1991, 13(9): 18-19.
- [3] 蔡宝昌, 聂春嬉, 难波恒雄, 等. 草乌炮制方法的研究 J. 中国医药学报, 1990(3): 32-34, 84.
- [4] 廖冬如, 黄冬玲. 均匀设计法优选川乌、草乌炮制工艺条件 J. 中成药, 1997, 19(5): 19-20.
- [5] 刘斌, 李飞, 钟桢传, 等. 正交设计法优选草乌炮制工艺 J. 中国中药杂志, 1994, 19(4): 220-222.
- [6] 龚千锋, 张的凤. 草乌炮制工艺研究 J. 中成药, 1999, 21(10): 513-514.
- [7] 杨桦, 邓晓静, 易红. 大孔树脂用于川草乌中总生物碱的分离提取 J. 中成药, 2000, 22(8): 535-538.

(上接第9115页)

由表2可知,微波法的预处理更完全,所测得结果准确度和精密度更好。用t检验和F检验结果,2种方法之间没有显著性差异。

3 结论

密闭微波消解,结合了高压消解和微波快速加热两方面的性能,具有传统方法无法比拟的优越性,具有分解速度快、

分解完全、试剂用量少、污染小、空白值低、操作简单、大大减轻劳动强度等优点。

参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典 M. 北京: 化学工业出版社, 2000.
- [2] 李赛, 欧阳强, 谈宣中, 等. 巴戟天化学成分研究 J. 中国中药杂志, 1991, 16(11): 675-676.