

陈皮提取工艺的优化选择

周建国 邵青¹ 陈柳蓉¹(平湖 314200 浙江平湖市第一人民医院药剂科;¹ 杭州 310031 浙江医科大学药理学系分析中心)

摘要 用正交试验法对陈皮中橙皮甙的提取工艺进行优选,以提取温度、溶剂乙醇浓度、提取时间及提取次数为因素,选用 $L_{16}(4^5)$ 正交表试验。结果表明,陈皮中橙皮甙的最佳提取条件为:以 95% 的乙醇为溶剂,85℃ 提取 3 次,每次 1.0h。

关键词 陈皮;橙皮甙;提取工艺;正交试验

陈皮为芸香科植物橘(*Citrus reticulata* Blanco)及其栽培变种的干燥成熟果皮,具有理气健脾、燥湿化痰的功效^[1],在许多中药复方制剂中均有其成份,用途较为广泛,制剂工艺各不相同。本文以其主要有效成份橙皮甙含量为指标,采用正交试验法对提取工艺进行优选,以选择最佳提取条件,增加药材的利用率,及有效成份的浸出。

1 材料与仪器

陈皮药材购自杭州胡庆余堂制药厂门市部;橙皮甙对照品由中国药品生物制品检定所提供;岛津 UV-260 紫外分光光度计。

2 实验方法与结果

2.1 样品提取

取陈皮药材粉碎成粗粉,称取 2.0g,按表 1 条件,采用不同浓度乙醇在水浴中加热提取数次,合并提取液,过滤,并于 100ml 量瓶中定容,摇匀备用。

2.2 橙皮甙含量测定^[1]

2.2.1 工作曲线:精密称取橙皮甙对照品 4.7mg,用含 0.1% 氢氧化钠的 75% 乙醇液溶解,并定容于 100ml 的量瓶中,摇匀,精密吸取该对照品液 2.0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0ml 分别置于 25ml 量瓶中,用同一碱性乙醇液加至刻度,摇匀。从对照品溶解开始计算,1h 后以含 0.1% 氢氧化钠的 75% 乙醇液为空白,在 362nm 的波长处测定吸收度,绘制标准曲线,并得回归方程为 $ABS = 1.669 \times 10^{-2} \text{ CONC} - 5.11 \times 10^{-4}$, $r = 0.9999$ 。

2.2.2 样品测定:分别精密吸取样品液 0.3ml 于 25ml 量瓶中,用含 0.1% 氢氧化钠的 75% 乙醇液定容,摇匀,放置 1h 后,以含 0.1% 氢氧化钠的 75% 乙醇液为空白,

在 362nm 的波长处测定吸收度,由标准曲线回归方程计算样品中橙皮甙的含量(mg/g)。

2.3 结果

2.3.1 正交试验设计及结果:根据有关资料拟定 4 个因素,每个因素选择 4 个水平(表 1),按 $L_{16}(4^5)$ 正交表^[2]对陈皮进行提取并测定,结果见表 2。

表 1 因素水平表

因 素	水 平			
	1	2	3	4
A、提取温度(℃)	25	50	85	100
B、提时间(h)	0.5	1	1.5	2
C、乙醇浓度(%)	0	30	80	95
D、提取次数(t)	1	2	3	4

表 2 正交设计及试验结果

试验号	A	B	C	D	E (误差)	试验结果 (mg/g)
1	1	1	1	1	1	25.59
2	1	2	2	2	2	59.99
3	1	3	3	3	3	64.30
4	1	4	4	4	4	61.36
5	2	1	2	3	4	37.08
6	2	2	1	4	3	70.04
7	2	3	4	1	2	61.30
8	2	4	3	2	1	60.30
9	3	1	3	4	2	61.05
10	3	2	4	3	1	108.00
11	3	3	1	2	4	87.95

续表

试验号	A	B	C	D	E (误差)	试验结果 (mg/g)
12	3	4	2	1	3	58.41
13	4	1	4	2	3	81.28
14	4	2	3	1	4	78.78
15	4	3	2	4	1	64.05
16	4	4	1	3	2	87.83
I	211.24	205.00	271.41	224.08	257.94	T =
II	228.72	316.81	219.53	289.52	270.17	1067.31
III	315.41	277.60	264.43	297.21	274.03	CT = T ² /16
IV	311.94	267.90	311.94	256.50	265.17	= 71196.91

2.3.2 结果分析:按方差分析理论得方差分析结果(表3)。

表3 方差分析表

方差名称	s	f	v	F	显著性
提取温度	2234.39	3	744.80	61.71	**
提取时间	1609.53	3	536.51	44.45	**
乙醇浓度	1074.74	3	358.25	29.68	**
提取次数	843.02	3	281.01	23.28	*
误差	36.20	3	12.07		

$$F_{(0.05)}(3,3) = 9.28$$

$$F_{(0.01)}(3,3) = 29.5$$

3 讨论与结论

3.1 从显著性检验看,提取温度、提取时间、提取次数及溶剂的乙醇浓度对结果均有显著性影响,各因素对试验结果的影响次序为 $A > B > C > D$ 。在本实验条件下,最佳提取条件是: $A_3B_2C_4D_3$ 。按此条件进行提取测得陈皮中橙皮甙的含量为 108.0mg/g。从而证明此条件确是最佳的。

3.2 从表3中可以看出提取温度对陈皮的提取影响最大,说明采用煎煮法比冷浸或温浸法提取效果要好得多,从而可缩短工时,提高效率。

3.3 由于陈皮中含有挥发油,在本实验条件下,溶剂以醇提为佳,为了兼顾,我们建议可先采用蒸馏法将陈皮中挥发油收集在蒸馏液中,然后再以乙醇为溶剂进行提取,如此来设计陈皮的提取工艺,似更合理些。

3.4 在本实验中,陈皮的提取时间以 1h 为佳,时间更长,提得率反有所下降,分析原因可能是橙皮甙受热时间过长后,部分分解之故,故应采用短时多次提取法,既可保证质量,又可降低提取成本。

参考文献

- 1 中国药典.1995:159~160.
- 2 北京大学数学力学系概率组编.正交设计法.北京:石油化学工业出版社,1976:31.