

正交法优选荷丹片中丹参醇提工艺

★ 陈娇婷 王跃生 孙艳荣 刘晓谦 李兆艳 (江西本草天工科技有限责任公司 南昌 330006)

关键词: 荷丹片; 丹参酮 II A; 正交试验

中图分类号: TQ 460.7 文献标识码: A

荷丹片由荷叶、丹参、山楂、番泻叶、补骨脂(盐炒)五味中药组方制备而成,具有化痰降浊、活血化瘀的功效。适用于高脂血症属痰浊夹瘀者。本品提取时,分番泻叶的热水浸泡、丹参的乙醇回流、荷叶及丹参药渣等水煎煮。本方案对丹参的乙醇回流提取工艺(原工艺中已有醇提取时间 1.5 小时)进行研究,以丹参酮 II A 为考察指标采用正交实验方法,考察乙醇浓度、加醇量、回流次数对醇提丹参的工艺进行试验。

1 实验药材及仪器

本实验所用丹参药材为经鉴定为唇形科植物丹参(*Salvia miltiorrhiza* Bge)的干燥根及根茎;丹参酮 II A 对照品为中国药品生物制品检定所提供;Agilent1100;甲醇为色谱试剂;其它试剂均为分析纯(江都市购)。

2 实验内容

2.1 含量测定 运用高效液相色谱法测定丹参酮 II A 的含量。丹参酮 II A 色谱条件: Agilent1100; Hypersil-ODS2 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 柱温: 室温; 流动相: 甲醇: 水(80:20); 检测波长: 270 nm; 流速: 1 mL/min; 柱压: 7.3 MPa。

2.2 正交试验 根据丹参酮 II A 的理化性质,选择乙醇浓度、加醇量、回流次数三个主要因素,采用正交试验方法,设计试验因素和水平见表 1。

表 1 $L_9(3^4)$ 正交表头

因素水平	因 素		
	A 乙醇浓度(%)	B 乙醇用量(倍)	C 回流次数(次)
1	75	6	1
2	85	8	2
3	95	10	3

2.3 结果及方差分析 见表 2、表 3。

表 2 $L_9(3^4)$ 正交试验表

试验号	A	B	C	D	评价指标 丹参酮 II A 含量(%)
1	1	1	1	1	0.9
2	1	2	2	2	1.13
3	1	3	3	3	1.05
4	2	1	2	3	1.34
5	2	2	3	1	1.32
6	2	3	1	2	1.13
7	3	1	3	2	1.48
8	3	2	1	3	1.31
9	3	3	2	1	1.48
K1	3.08	3.72	3.34	3.7	
K2	3.95	3.76	3.95	3.74	
K3	4.27	3.66	3.85	3.7	
$\bar{K}1$	1.03	1.24	1.11	1.23	
$\bar{K}2$	1.26	1.25	1.32	1.25	
$\bar{K}3$	1.42	1.22	1.28	1.23	
R	0.39	0.03	0.21	0.02	

表 3 丹参酮 II A 含量方差分析表

方差来源	组间平方和	自由度	均方	F 值	P 值
A	0.239	2	0.119	672.063	0.001
B	0.002	2	0.001	4.75	0.174
C	0.071	2	0.036	200.688	0.005
误差	0.000	2	0.000		

结果分析: 从直观分析可见, 三因素对脂溶性成分丹参酮 II A 的含量影响大小的顺序都为 $A > C > B$ 。说明乙醇浓度是控制丹参提取工艺的最关键因素, 乙醇用量对丹参的提取工艺的影响最小。

从方差分析可见, A、C 两因素有显著性差异, B 因素无显著性差异。据此, 拟确定工艺为 A 因素选择水平 3, C 因素选择水平 2, 为节约成本, B 因素选择水平 1。

2.4 验证试验 按选定的条件 $A_3B_1C_2$ 进行验证试验, 其丹参酮 II A 结果含量为 1.46%, 与正交试验表中 $A_3B_1C_2$ 结果几乎一致。

(收稿日期: 2006-01-12)