

水蒸汽蒸馏法提取丹皮酚工艺的研究

康业斌^{1,2}, 商鸿生¹, 成玉梅²

(1 西北农林科技大学 植保学院, 陕西 杨凌 712100;

2 河南科技大学 林学院, 河南 洛阳 471003)

[摘 要] 通过 $L_{16}(4^5)$ 正交试验设计, 研究了丹皮粉粒径(A)、浸润时间(B)、氯化钠用量(C)和馏出物量(D)对丹皮酚提取量的影响。结果表明, 影响丹皮酚提取量的主次因素为 $A > D > B > C$; 最佳工艺条件为丹皮粉粒径 $\phi 45$ mm, 氯化钠用量60 g/kg, 浸润时间3 h, 收集馏出物量300 mL。按筛选的最优工艺重复提取2次, 结果表明, 第1次蒸馏丹皮酚的平均提取量达23.72 g/kg, 第2次蒸馏丹皮酚的平均提取量为1.69 g/kg, 说明第1次蒸馏基本代表了样品内丹皮酚量。

[关键词] 水蒸汽蒸馏法; 丹皮酚; 提取工艺; 丹皮酚提取量

[中图分类号] S567.9; R284.2

[文献标识码] A

[文章编号] 1671-9387(2006)11-0133-03

丹皮始载于《本经》, 具有清热凉血, 活血化瘀的功效, 为历版《中华人民共和国药典》收载品种^[1], 其主要有效成分为丹皮酚, 在医药、香料、化工领域具有广泛用途^[2]。丹皮酚对一些作物病原菌有较强的抑制作用^[3], 对仓库害虫有忌避作用^[4], 对蔬菜有保鲜作用^[5-6]。丹皮酚的提取方法有蒸馏法^[2, 7-9]、溶剂浸提法^[9-10]、超临界二氧化碳萃取法^[11]、超声提取法^[12-13]等。溶剂浸提法操作简便、省时, 但不能直接获得丹皮酚晶体, 且提取物杂质较多; 超临界二氧化碳萃取法可直接获得丹皮酚晶体, 但需要高压设备; 超声提取法消耗溶剂少、浸出率高, 但工艺不完善; 蒸馏法分为直接蒸馏和水蒸汽蒸馏, 可以直接获得丹皮酚晶体, 提取物纯度较高, 尤其是水蒸汽蒸馏法成本低, 且不需要特殊仪器。在蒸馏法提取丹皮酚过程中, 前人对加水量、浸润时间、氯化钠(硫酸钠)用量、馏出物量等影响提取量和结晶速率的因素均有报道, 但结论不尽相同^[7-9, 12, 14-15]。本试验在总结前人方法的基础上, 选择丹皮粉粒径、浸润时间、氯化钠用量和馏出物量4个因素, 采用 $L_{16}(4^5)$ 正交试验研究了水蒸汽蒸馏法提取丹皮酚的最佳工艺, 以为准确提取与测定丹皮酚含量提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试牡丹根于2004-10采挖于河南洛阳市郊区

牡丹园, 经洗涤、去木心得牡丹根皮, 经风干、粉碎, 分别过孔径为1.80, $\phi 90$, $\phi 45$, $\phi 28$ mm的标准筛, 得不同粒径的丹皮细粉, 干燥, 保存备用。

1.2 试验方法

1.2.1 丹皮酚提取工艺流程^[7-9] 丹皮酚的提取工艺流程为: 丹皮细粉→加蒸馏水→加氯化钠→浸润→水蒸汽蒸馏→冷藏蒸馏液(4℃, 24 h)→过滤→在滤液中加入氯化钠→重蒸馏→冷藏重蒸馏液(4℃, 24 h)→过滤→合并结晶物→干燥得丹皮酚。

丹皮酚提取量/(g·kg⁻¹) = 丹皮酚重量/样品重量

1.2.2 试验设计 在文献^[7-9]及预备试验的基础上, 取丹皮细粉30 g, 置500 mL凯氏瓶中, 加入100 mL蒸馏水, 根据提取工艺, 选择丹皮粉粒径(A)、浸润时间(B)、氯化钠用量(C)和馏出物量(D)4个因素, 进行 $L_{16}(4^5)$ 正交试验, 试验因素与水平见表1。以丹皮酚提取量为考察指标, 确定最佳提取工艺。

表1 丹皮酚提取试验的因素与水平

Table 1 Factors and levels of extracting paeonol

水平 Levels	丹皮粉 粒径/mm Diameter A	浸润时间/h Time B	氯化钠用量/ g·kg ⁻¹ NaCl C	馏出物量/mL Distillation matter D
1	1.80	0	0	240
2	$\phi 90$	1	30	300
3	$\phi 45$	2	60	360
4	$\phi 28$	3	90	420

采用F检验法对正交试验结果进行显著性检

。[收稿日期] 2005-12-12

[基金项目] 河南省自然科学基金项目(0411030200)

[作者简介] 康业斌(1964-), 男, 河南唐河人, 教授, 在读博士, 主要从事植物免疫学研究。E-mail: kangyb@mail.haust.edu.cn

[通讯作者] 商鸿生(1940-), 男, 辽宁大连人, 教授, 博士生导师, 主要从事植物免疫学研究。

验,确定各因素对试验结果的影响程度。

1.2.3 蒸馏次数对提取量的影响 按筛选的丹皮酚最佳工艺条件,连续提取2次,测定每次蒸馏的丹皮酚提取量。每处理重复3次。

2 结果与分析

2.1 丹皮酚最优提取工艺的选择

由表2可知,在参试的4个因素中,丹皮粉粒径对提取量影响最大,馏出物量次之,氯化钠用量影响最小,其主次顺序为A>D>B>C。从表2还可以看出,水蒸汽蒸馏法提取丹皮酚的最佳组合为A₃B₄C₃D₂,即工艺参数为:丹皮粉粒径0.45 mm、浸润时间3 h、氯化钠用量60 g/kg、馏出物量300 mL。方差分析结果(表3)表明,丹皮粉粒径(A)对丹皮酚提取量影响达到极显著水平,浸润时间(B)、氯化钠用量(C)和馏出物量(D)对丹皮酚提取量的影响均不显著。

表2 丹皮酚提取工艺的L₁₆(4⁵)正交试验设计及结果

Table 2 Results of orthogonal test of L₁₆(4⁵) in the paeonol extraction technology

试验号 No.	丹皮粉 粒径/mm Diameter A	浸润时间/h Time B	氯化钠用量/ (g·kg ⁻¹) NaCl C	馏出物量/mL Distillation matter D	丹皮酚提 取量/(g·kg ⁻¹) Paeonol content
1	1(1.80)	1(0)	1(0)	1(240)	2.22
2	1(1.80)	2(1)	2(30)	2(300)	2.71
3	1(1.80)	3(2)	3(60)	3(360)	2.13
4	1(1.80)	4(3)	4(90)	4(420)	2.24
5	2(0.90)	1(0)	2(30)	3(360)	10.74
6	2(0.90)	2(1)	1(0)	4(420)	18.84
7	2(0.90)	3(2)	4(90)	1(240)	14.47
8	2(0.90)	4(3)	3(60)	2(300)	23.52
9	3(0.45)	1(0)	3(60)	4(420)	16.43
10	3(0.45)	2(1)	4(90)	3(360)	14.90
11	3(0.45)	3(2)	1(0)	2(300)	22.82
12	3(0.45)	4(3)	2(30)	1(240)	22.52
13	4(0.28)	1(0)	4(90)	2(300)	11.25
14	4(0.28)	2(1)	3(60)	1(240)	14.11
15	4(0.28)	3(2)	2(30)	4(420)	12.42
16	4(0.28)	4(3)	1(0)	3(360)	11.68
T ₁	9.30	40.46	55.56	53.32	203.00
T ₂	67.57	50.56	48.39	60.30	
T ₃	76.67	51.84	56.19	39.45	
T ₄	49.46	59.96	42.86	49.93	
$\bar{X}_1$	23.25	10.115	13.890	13.330	
$\bar{X}_2$	16.893	12.640	12.098	15.075	
$\bar{X}_3$	19.168	12.960	14.048	9.863	
$\bar{X}_4$	12.365	14.990	10.705	12.483	
R	16.843	4.875	3.343	5.212	

表3 丹皮酚提取工艺L₁₆(4⁵)正交设计试验结果的方差分析

Table 3 Variance analysis of the results of uniform design of orthogonal test of L₁₆(4⁵) in the paeonol extraction technology

方差来源 Variance source	自由度 df	平方和 SS	方差 MS	F 值 F value	显著性 F _{0.05}	显著性 F _{0.01}
A	3	668.63	222.88	40.303 8 ^{**}	9.28	29.46
B	3	43.42	14.47	2.616 6	9.28	29.46
C	3	30.14	10.05	1.820 7	9.28	29.46
D	3	56.54	18.85	3.408 7	9.28	29.46
误差 Error	3	16.59	5.53			

2.2 提取次数对丹皮酚提取量的影响

表4表明,用水蒸汽蒸馏法提取丹皮酚,3个重复间无明显差异,第1次蒸馏的丹皮酚平均提取量为23.72 g/kg,占总提取量的93.35%,第2次蒸馏的丹皮酚平均提取量为1.69 g/kg,占总提取量的6.65%,说明本研究筛选的最优组合具有重现性、可靠性,且1次蒸馏基本代表丹皮内丹皮酚量。

表 4 提取次数对丹皮酚提取量的影响

Table 4 Effect extraction frequency on quantity of paeonol				g/kg
蒸馏次数 Distil times	重复 Repeat			平均 A verage
	I	II	III	
I	22.44	23.97	24.72	23.72
II	1.11	1.41	2.55	1.69
总计 Total	23.55	25.38	27.27	25.41

3 结论与讨论

本研究结果表明, 水蒸汽蒸馏法提取丹皮酚的最佳工艺为: 取过 0.45 mm 标准筛的丹皮粉末, 加 60 g/kg 氯化钠, 水浸润 3 h, 水蒸汽蒸馏, 收集馏出物量 300 mL, 4℃冷藏 24 h, 过滤, 得结晶物; 在滤液中再加入 60 g/kg 氯化钠重蒸馏, 重蒸收集馏液直至澄清为止, 4℃冷藏 24 h, 过滤, 合并结晶物, 干燥即得粗提物。

本研究认为, 丹皮粉粒径对丹皮酚提取量有极显著影响, 且以丹皮粉粒径为 0.45 mm 最佳, 粒径过细, 蒸馏时丹皮中的淀粉糊化会影响提取; 氯化钠的用量与刘庆发等^[7]、狄留庆等^[9]的研究结果基本相同, 收集馏出物量与狄留庆等^[9]的研究结果相同。用水蒸汽蒸馏法提取丹皮酚, 因为在提取过程, 水蒸汽不断通入, 水量在不断增加, 故文献^[7-8, 14]考察加水量对丹皮酚提取量的影响无意义。

[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: 人民卫生出版社, 1978: 112-113

[2] 徐国钧. 生药学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1987: 183

[3] 吴晓慧, 吴国荣, 张卫明, 等. 丹皮酚的磺化、产物鉴定及抑菌作用[J]. 南京师范大学学报: 自然科学版, 2003, 26(4): 99-102

[4] 夏传国, 陈杰林, 李隆术, 等. 丹皮及其提取物对几种中药材仓库害虫的忌避作用研究[J]. 粮食储藏, 2000, 29(1): 3-9

[5] 沈奇, 金春雁, 缪月秋, 等. 丹皮酚磺酸钠对樱桃番茄的保鲜作用研究[J]. 食品科学, 2005, 26(4): 256-259

[6] 常福辰, 吴国荣, 吴晓慧, 等. 丹皮酚磺酸钠对菱蒿的保鲜作用研究[J]. 南京师范大学学报: 自然科学版, 2005, 28(2): 88-91

[7] 刘庆发, 韩玉玲. 正交设计法探讨牡丹皮中丹皮酚提取工艺[J]. 黑龙江医药, 2002, 15(5): 351-352

[8] 李利红, 梁月丽, 杜晓丽, 等. 水蒸汽蒸馏法提取丹皮酚的研究[J]. 郑州牧业工程高等专科学校学报, 2004, 24(1): 1-2

[9] 狄留庆, 谢辉, 范碧婷, 等. 牡丹皮中丹皮酚提取方法及工艺参数的优化[J]. 中药材, 1998, 21(1): 24-36

[10] 尹永宁. 丹皮酚的提取工艺研究[J]. 中成药, 1995, 17(9): 2-4

[11] 林英光, 姚煜东. 牡丹皮超临界萃取及萃取物的应用研究[J]. 牙膏工业, 2002(4): 33-36

[12] 高锦明. 植物化学[M]. 北京: 科学出版社, 2003: 22-23

[13] 范宋玲, 梁武. 牡丹皮浓缩颗粒中丹皮酚的含量测定[J]. 中药材, 2000, 23(5): 291

[14] 刘文娟, 耿秋菊, 王世华, 等. 牡丹皮中丹皮酚提取工艺的研究[J]. 中华实用中西医杂志, 2005, 18(1): 121-122

[15] 聂晓玉, 王雅亮, 张彬. 丹皮酚的提取分离工艺研究[J]. 时珍国医国药, 2004, 15(4): 225

Study on optimized technology of extracting paeonol from
peony roots with vapor-distillation

KANG Ye-bin^{1,2}, SHANG Hong-sheng¹, CHENG Yu-mei²

(1 College of Plant Protection, Northw est A & F University, Yangling, Shaanxi 712100, China;
2 College of Forestry, Henan University of Science and Technology, Luoyang, Henan 471003, China)

Abstract: An orthogonal test table L₁₆(4⁵) was used to study the effect on the extraction quantity of paeonol of the factors of diameter of root grain, soakage time, dosage of sodium chloride and quantum of distillation. The results showed that the optimum technological condition was diameter 0.45 mm, time 3 h, sodium chloride 60 g/kg and 300 mL distil liquid of samples. When distilling two times by optimized technology, the results showed that average quantity of paeonol were 23.72 g/kg and 1.69 g/kg by vapor-distillation at the first time and the second time, indicating that it was basically representative content of paeonol in sample by vapor-distillation at the first time.

Key words: vapor-distillation; paeonol; extraction technology; quantity of paeonol