

- 大鼠胃肠功能及小肠 ICAM-1、IL-10、IL-1 β 和 iNOS 表达的影响[J]. 浙江中医药大学学报, 2015, 39(11): 777-781.
- [10] 丁美红, 吴 怡, 万浩芳, 等. 参黄散经神阙穴与非穴位敷贴在新西兰兔血浆中的药代动力学比较[J]. 中华中医药杂志, 2018, 33(6): 2321-2326.
- [11] 王 晖, 许卫铭, 薄荷醇及其二组分系统对 5-氟脲嘧啶经皮渗透和贮库效应的影响[J]. 中国临床药理学与治疗学, 2003, 8(4): 422-424.
- [12] 王艳宏, 刘书博, 王 锐, 等. 中药挥发油促透皮吸收及透皮吸收作用的研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2017, 23(3): 192-199.
- [13] 赵婷婷, 张 彤, 项乐源, 等. 当归、丁香挥发油的促透皮吸收作用[J]. 中成药, 2016, 38(9): 1923-1929.
- [14] 封 玲, 丁美红, 沈 勤, 等. 大黄酸神阙穴给药经皮渗透性的影响因素研究与初步机制探讨[J]. 中国中药杂志, 2016, 41(8): 1546-1552.

金银花多酚氧化酶抑制剂的筛选

李 菁, 马东来, 刘宏伟, 冯建明, 李静娟, 郑玉光*
(河北中医学院药学院, 河北 石家庄 050200)

摘要: 目的 筛选金银花多酚氧化酶抑制剂。方法 以 pH 值、浸泡时间、料液比为影响因素, 木犀草苷、绿原酸含量为评价指标, 单因素试验筛选单一抑制剂。以所筛选单一抑制剂质量浓度为影响因素, 木犀草苷含量提高率为评价指标, Box-Behnken 响应面法优化复合抑制剂组成。结果 维生素 C、 β -环糊精、曲酸、食盐对金银花褐变的抑制作用较好, 最佳 pH 值为 5, 浸泡时间为 120 min, 料液比为 1:8。复合抑制剂最佳组成为 0.2 mg/mL 维生素 C, 2.3 mg/mL β -环糊精, 8.0 mg/mL 曲酸, 10.6 mg/mL 食盐, 木犀草苷、绿原酸含量提高率分别为 55.61%、9.79%。结论 与单一抑制剂比较, 多酚氧化酶复合抑制剂可明显提高金银花中木犀草苷含量, 对该药材产地加工具有较高的实用价值。

关键词: 金银花; 多酚氧化酶; 抑制剂; 单因素试验; Box-Behnken 响应面法

中图分类号: Q55

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)02-0249-07

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.02.002

Screening of polyphenol oxidase inhibitor from *Lonicerae japonicae Flos*

LI Jing, MA Dong-lai, LIU Hong-wei, FENG Jian-ming, LI Jing-juan, ZHENG Yu-guang*
(College of Pharmacy, Hebei University of Chinese Medicine, Shijiazhuang 050200, China)

ABSTRACT: AIM To screen polyphenol oxidase inhibitor from *Lonicerae japonicae Flos*. **METHODS** With pH value, soaking time and solid-liquid ratio as influencing factors, galuteolin and chlorogenic acid contents as evaluation indices, single factor test was applied to screening single inhibitors. With the concentrations of screened single inhibitors as influencing factors, increasing rate of galuteolin content as an evaluation index, Box-Behnken response surface method was adopted in the optimization of compound inhibitor composition. **RESULTS** Vitamin C, β -cyclodextrin, kojic acid and salt demonstrated good inhibitory effects on *Lonicerae japonicae Flos* browning, with the optimal pH value, soaking time and solid-liquid ratio of 5, 120 min and 1:8, respectively. The optimal compound inhibitor composition was determined to be 0.2 mg/mL vitamin C, 2.3 mg/mL β -cyclodextrin, 8.0 mg/mL kojic acid and 10.6 mg/mL salt, the increasing rates of galuteolin and chlorogenic acid contents were 55.61% and 9.79%, respectively. **CONCLUSION** Compared with single inhibitor, the compound polyphenol

收稿日期: 2018-02-23

基金项目: 全国中药炮制技术传承基地建设(7002016012073); 河北省现代农业产业技术体系中药材产业创新团队建设(2017041458-2); 河北省大学生创新创业项目(201614432034)

作者简介: 李 菁(1971—), 女, 硕士, 副教授, 研究方向为天然药物化学。Tel: 13032604492, E-mail: 1929774800@qq.com

* 通信作者: 郑玉光(1973—), 男, 硕士, 教授, 从事中药资源研究与鉴定工作。E-mail: 2685268442@qq.com

oxidase inhibitor can obviously increase galuteolin content in *Lonicerae japonicae Flos*, which exhibits high practical value for the habitat processing of this medicinal material.

KEY WORDS: *Lonicerae japonicae Flos*; polyphenol oxidase; inhibitor; polyphenol oxidase; Box-Behnken response surface method

金银花为忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的干燥花蕾, 具有清热解毒、抗菌消炎等功效, 是传统的药食两用大宗药材, 近些年由于需求增加, 其种植面积不断扩大^[1-3]。金银花鲜品含水量约为 80%, 颜色绿白、气味清香, 药效成分含有量高, 而 2015 版《中国药典》规定按干燥品计算, 含木犀草苷不得少于 0.050%, 绿原酸不得少于 1.5%, 但它在贮存、运输、干燥过程中木犀草苷含有量时常下降, 低于药典要求。课题组前期研究结果表明, 金银花在干燥过程中会产生不同程度褐变, 造成外观颜色劣变, 并伴随有绿原酸、木犀草苷等药效成分降解, 导致其药用价值降低, 并直接影响其品质、外观和商业价值^[4-6]。

金银花在加工中出现的颜色劣变属于酶促褐变^[7], 主要是由多酚氧化酶催化酚羟基类化合物, 再发生反应生成醌类化合物及其聚合物的过程。目前, 防止金银花褐变的主要措施有热风干燥、真空干燥、微波真空联合干燥、热泵远红外联合干燥等, 但存在设备投资大、对金银花中指标性成分木犀草苷含有量提高不明显等问题^[8-11]; 近年来, 也有采用抗坏血酸、4-己基间苯二酚、L-半胱氨酸、柠檬酸、丙酮等单一抑制剂对金银花多酚氧化酶进行体外抑制的报道^[12]。

本实验通过单一抑制剂处理金银花, 经热风干燥后, 考察其对木犀草苷、绿原酸含有量的影响, 然后在此基础上筛选多酚氧化酶复合抑制剂, 为减少贮藏和加工过程中金银花产生褐变及药效成分损失提供理论依据。

1 材料

1.1 仪器 LC-20A 型高效液相色谱仪, 配置 SPD-20A 检测器 (日本岛津公司); Milli-Q[®] Referenzen 系统超纯水机 (北京博奥恒信生物有限公司); PH-140A 型立式电热鼓风干燥箱 (上海一恒科学仪器有限公司); ME204E 型电子天平 [十万分之一, 梅特勒-托利多仪器 (上海) 有限公司]; 高速中药粉碎机 (浙江荣浩工贸有限公司); KQ-250DE 型超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司)。

1.2 试药 维生素 C、 β -环糊精、植酸、柠檬酸、

曲酸、L-半胱氨酸、4-己基间苯二酚 (食品级, 河南天兴食品添加剂有限公司); 无碘食盐 (中盐河北盐业专营有限公司); 木犀草苷、绿原酸对照品 (中国食品药品检定研究院)。乙腈、甲醇为色谱纯 (美国 Fisher 公司); 甲醇、乙醇、冰醋酸、磷酸、磷酸氢二钠均为分析纯; 水为高纯水 (自制)。

1.3 药材 金银花采自河北中医学院药园、河北省邢台市巨鹿县堤村乡纪家寨, 经河北中医学院药学院郑玉光教授鉴定为忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的干燥花蕾。

2 方法

2.1 木犀草苷、绿原酸含有量测定 绿原酸含有量测定方法采用 2015 版《中国药典》, 木犀草苷含有量测定方法在药典基础上进行改进。色谱条件为 Intersil[®] ODS-3 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μ m); 流动相乙腈-0.5% 冰醋酸, 梯度洗脱 (0~15 min, 10%~19% 乙腈; 15~32 min, 19% 乙腈; 32~38 min, 19%~35% 乙腈; 38~40 min, 35%~10% 乙腈; 40~50 min, 10% 乙腈)^[2]; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 20 $^{\circ}$ C; 检测波长 350 nm。

2.2 单因素试验

2.2.1 pH 值 取 25 g 新鲜金银花, 共 5 份, 置于 pH 值 4、5、6、7、8 的 250 mL 磷酸缓冲液中浸泡 60 min, 取出, 沥干, 40 $^{\circ}$ C 热风干燥至恒定质量, 测定木犀草苷、绿原酸含有量。

2.2.2 浸泡时间 取 25 g 新鲜金银花, 共 5 份, 置于 pH 值为 5 的 250 mL 磷酸缓冲液中浸泡 0、20、40、60、120、240 min, 取出, 沥干, 40 $^{\circ}$ C 热风干燥至恒定质量, 测定木犀草苷、绿原酸含有量。

2.2.3 料液比 取 25 g 新鲜金银花, 共 5 份, 加入 pH 值为 5 的磷酸缓冲液 0、100、150、200、250、300 mL, 浸泡时间为最佳时间, 取出, 沥干, 40 $^{\circ}$ C 热风干燥至恒定质量, 测定木犀草苷、绿原酸含有量。

2.2.4 单一抑制剂试验设计 以木犀草苷、绿原酸含有量为评价指标, 将维生素 C、食盐、 β -环糊精、曲酸、4-己基间苯二酚、柠檬酸、半胱氨酸、

植酸配制成不同质量浓度溶液(表1),在最佳浸泡时间、料液比条件下进行单因素试验,考察其对金银花褐变的抑制效果。

表1 单一抑制剂试验设计

Tab. 1 Design of tests for single inhibitors

抑制剂	质量浓度/(mg·mL ⁻¹)					
维生素C	0.1	0.2	0.3	0.5	0.7	0.9
食盐	2.0	5.0	10.0	20.0	30.0	40.0
β-环糊精	0.1	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0
曲酸	1.0	2.0	4.0	5.0	10.0	15.0
4-己基间苯二酚	1.0	5.0	10.0	20.0	40.0	—
柠檬酸	0.1	0.2	0.3	0.5	0.7	0.9
半胱氨酸	0.1	0.2	0.3	0.5	0.7	0.9
植酸	0.1	0.3	0.5	0.7	—	—

2.2.5 复合抑制剂试验设计 根据单一抑制剂试验设计结果,选取抑制效果较好的维生素C、曲酸、β-环糊精、食盐,通过Box-Behnken响应面法进行复合抑制剂组成优化。因素水平见表2。

表2 因素水平

Tab. 2 Factors and levels

因素	水平		
	-1	0	1
曲酸/(mg·mL ⁻¹)	2.0	5.0	8.0
食盐/(mg·mL ⁻¹)	10.0	20.0	30.0
β-环糊精/(mg·mL ⁻¹)	1.0	2.0	3.0
维生素C/(mg·mL ⁻¹)	0.1	0.2	0.3

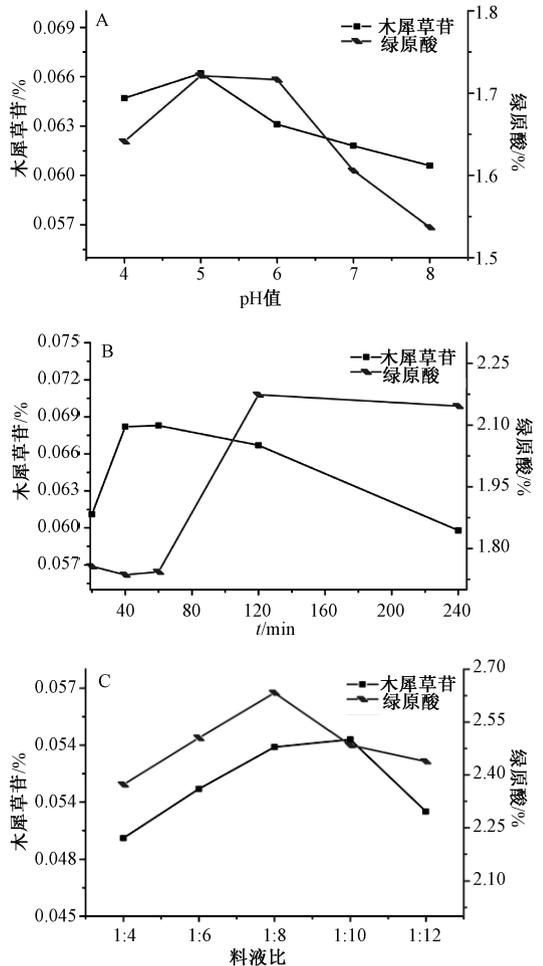
3 结果

3.1 单因素试验 图1A显示,pH值为5时绿原酸、木犀草苷含有量最高,故确定pH值为5。图1B显示,浸泡时间40、60、120 min时木犀草苷含有量均较高,而120 min时绿原酸含有量最高,故确定浸泡时间为120 min。图1C显示,料液比为1:8时绿原酸含有量最高,而木犀草苷含有量也接近最高值,故确定料液比为1:8。

3.2 单一抑制剂

3.2.1 维生素C、食盐 维生素C具有还原性,可促使内源性酚类物质氧化成的邻醌还原,此外还能作为螯合剂作用于多酚氧化酶中的铜离子,从而起到抑制褐变的作用^[13]。图2A显示,维生素C可明显提高木犀草苷、绿原酸含有量,其质量浓度为0.2 mg/mL时达到最高;但其质量浓度继续提高时两者含有量反而有所下降,这与“3.1.1”项下pH值结果相符,溶液pH过低,抑制效果也有所下降。

食盐中的Na⁺可与多酚氧化酶结构中的Cu²⁺产生竞争,降低其活性,从而抑制褐变^[14]。图2B显



注: A~C 分别为 pH 值、浸泡时间、料液比

图1 各因素对木犀草苷、绿原酸含有量的影响
Fig. 1 Effects of various factors on galuteolin and chlorogenic acid contents

示,当食盐质量浓度为10.0 mg/mL以上时绿原酸含有量明显增加,20.0 mg/mL时最高;对于木犀草苷而言,食盐质量浓度在2.0~40.0 mg/mL之间时其含有量均明显提高,而且无显著差异。

3.2.2 β-环糊精、曲酸 β-环糊精既可抑制邻苯醌及以后聚合物质的生成,又能与多酚氧化酶结合而抑制后者活性^[13]。图3A显示,β-环糊精对木犀草苷、绿原酸含有量均有一定程度提高,其质量浓度在0.5 mg/mL以上时木犀草苷含有量提高程度较稳定,而在1.0 mg/mL时绿原酸含有量最高。

曲酸是微生物产生的一种代谢物弱酸,可抑制多酚氧化酶活性,并具有抑菌作用^[15]。图3B显示,曲酸可明显提高木犀草苷含有量,其质量浓度为5.0 mg/mL时提高了48.21%,并对绿原酸含有量也有一定程度提高。

3.2.3 酸性抑制剂 柠檬酸抑制褐变机制是分子

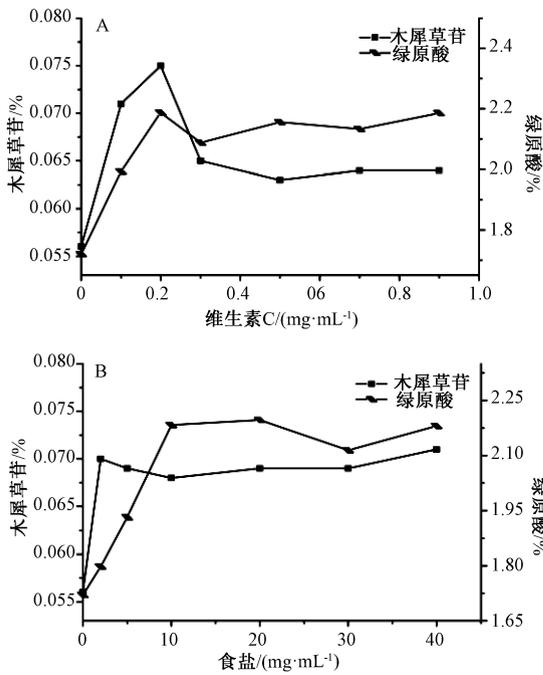


图2 维生素C (A)、食盐 (B) 对木犀草苷、绿原酸含量的影响
Fig. 2 Effects of vitamin C (A) and salt (B) on galuteolin and chlorogenic acid contents

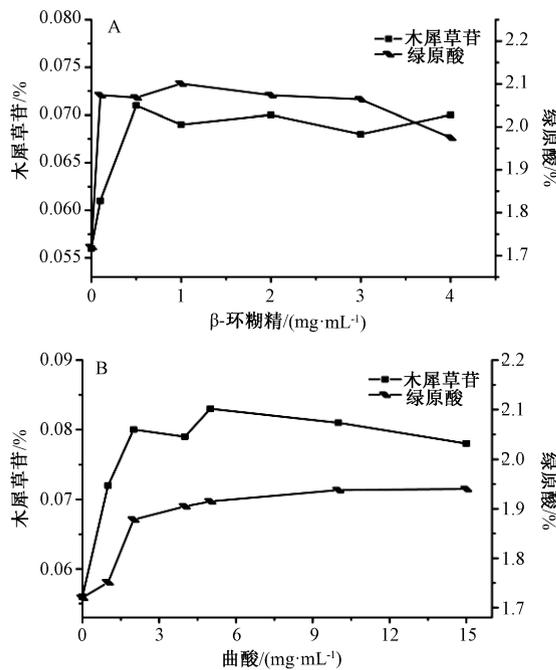


图3 β -环糊精 (A)、曲酸 (B) 对木犀草苷、绿原酸含量的影响
Fig. 3 Effects of β -cyclodextrin (A) and kojic acid (B) on galuteolin and chlorogenic acid contents

中的羧基对多酚氧化酶中的铜离子有较强络合作用^[13], 但图4A显示它对木犀草苷、绿原酸含量

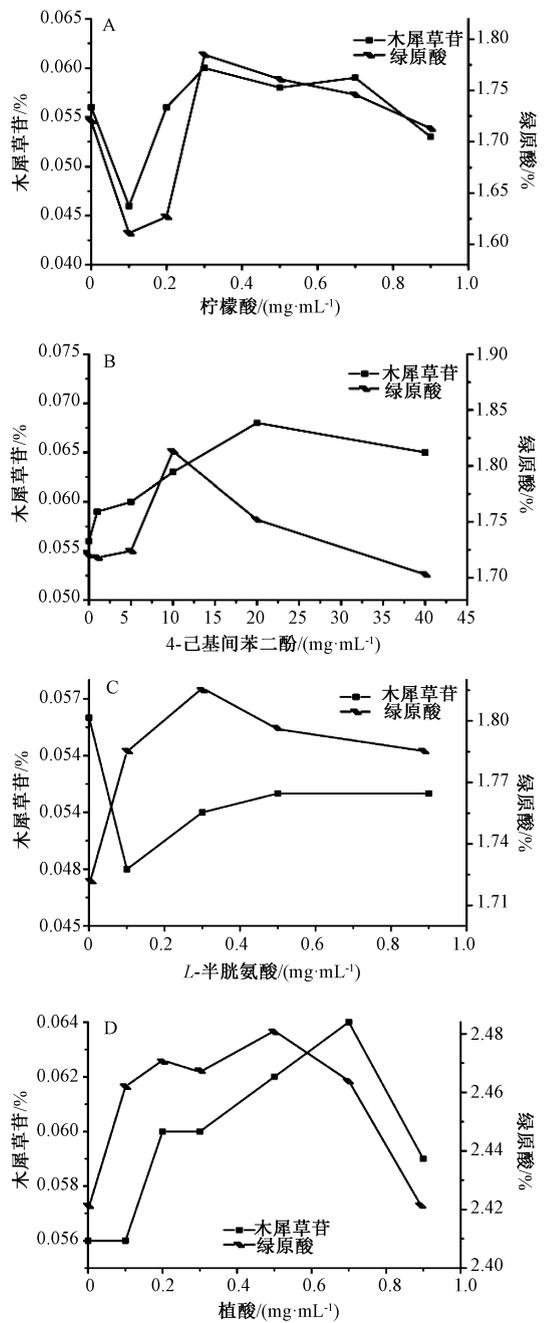


图4 酸性抑制剂对木犀草苷、绿原酸含量的影响
Fig. 4 Effects of acid inhibitors on galuteolin and chlorogenic acid contents

的提高程度不明显, 这是因为该成分还可降低体系pH值以促进褐变进行, 故对金银花多酚氧化酶活性的抑制效果较差。4-羟基间苯二酚抑制褐变机制是与多酚氧化酶结合使其失去催化活性^[13]; L-半胱氨酸是一种可溶性氨基酸, 结构中的巯基(-SH)可与酶促褐变产生的醌形成稳定无色化合物, 从而抑制褐变^[16]; 植酸又名肌醇六磷酸, 其结构中的6个磷酸基团使其具有很强的络合能力, 而且在很宽的pH值范围内可络合多酚氧化酶中的

铜辅基, 从而抑制褐变^[17], 但图 4B~4D 显示这 3 种抑制剂对木犀草苷、绿原酸含有量均无明显提高作用。

3.3 复合抑制剂 在单一抑制剂实验结果基础上,

以维生素 C (A)、β-环糊精 (B)、曲酸 (C)、食盐 (D) 质量浓度为影响因素, 木犀草苷含有量提高率为评价指标 (Y), Box-Behnken 响应面法优化复合抑制剂组成, 结果见表 3。

表 3 试验设计及结果
Tab. 3 Design and results of tests

试验号	A 维生素 C/ (mg·mL ⁻¹)	B β-环糊精/ (mg·mL ⁻¹)	C 曲酸/ (mg·mL ⁻¹)	D 食盐/ (mg·mL ⁻¹)	Y 木犀草苷含有量 提高率/%
1	0.1	2	8	20	40.820 0
2	0.3	2	5	30	24.694 9
3	0.2	2	2	30	16.686 1
4	0.1	2	5	30	29.260 7
5	0.2	2	5	20	30.423 9
6	0.2	1	8	20	34.588 3
7	0.2	2	8	30	40.300 4
8	0.1	2	5	10	39.957 9
9	0.2	3	5	10	35.149 6
10	0.2	1	2	20	18.908 3
11	0.2	2	5	20	35.639 8
12	0.1	1	5	20	34.338 6
13	0.2	3	8	20	34.771 9
14	0.3	1	5	20	26.656 2
15	0.2	1	5	10	30.937 4
16	0.2	1	5	30	18.229 5
17	0.3	2	2	20	21.908 6
18	0.3	3	5	20	35.536 5
19	0.2	3	5	30	24.091 5
20	0.1	3	5	20	22.713 5
21	0.2	2	5	20	26.096 6
22	0.2	2	2	10	20.693 7
23	0.2	2	5	20	34.602 1
24	0.2	3	2	20	19.190 3
25	0.1	2	2	20	23.179 8
26	0.2	2	8	10	54.564 4
27	0.3	2	5	10	45.772 4
28	0.3	2	8	20	51.236 3
29	0.2	2	5	20	32.955 2

然后, 通过 Design Expert 8.0.6 软件对表 3 数据结果作多元回归分析, 得到多元二次回归方程为 $Y=32.14+1.29A+1.07B+11.14C-6.73D+5.13AB+2.92AC-2.60AD+0.23BC+0.41BD-2.81CD+2.43A^2-5.07B^2+0.026C^2+0.34D^2$, 方差分析^[18]见表 4。由表可知, 模型 $P<0.000 1$, 表明模型极显著; 失拟项 $P>0.05$, 表明模型拟合程度良好; R^2 为 0.971 5, R^2_{adj} 为 0.943 1, 表明模型与数据拟合合理, 精度较好, 而且实验值与预测值之间存在较高的相关性; 因素 C、D、AB、B² 对木犀草苷含有量提高率影响极显著 ($P<0.01$), AC、AD、CD、A² 对其影响较显著 ($P<0.05$); 各因素影响程度依次为 $C>D>A>B$ 。

响应面分析见图 5, 可知与方差分析结果一致。通过 Design-Expert 8.0.6 软件, 得到复方抑制剂最佳组成为 0.2 mg/mL 维生素 C, 2.3 mg/mL β-环糊精, 8.0 mg/mL 曲酸, 10.6 mg/mL 食盐, 木犀草苷含有量提高率 56.18%。再以最佳组成进行 3 批验证试验, 测得木犀草苷含有量提高率分别为 55.13%、56.79%、54.92%, 平均 55.61%, 与预测值 56.18% 相当 (偏差率为 1.73%), 表明模型合理, 预测性良好; 绿原酸含有量提高率分别为 10.69%、9.23%、9.45%, 平均 9.79%, 表明复合抑制剂能很好地提高金银花品质。

4 结论

本实验筛选金银花多酚氧化酶抑制剂, 得到其

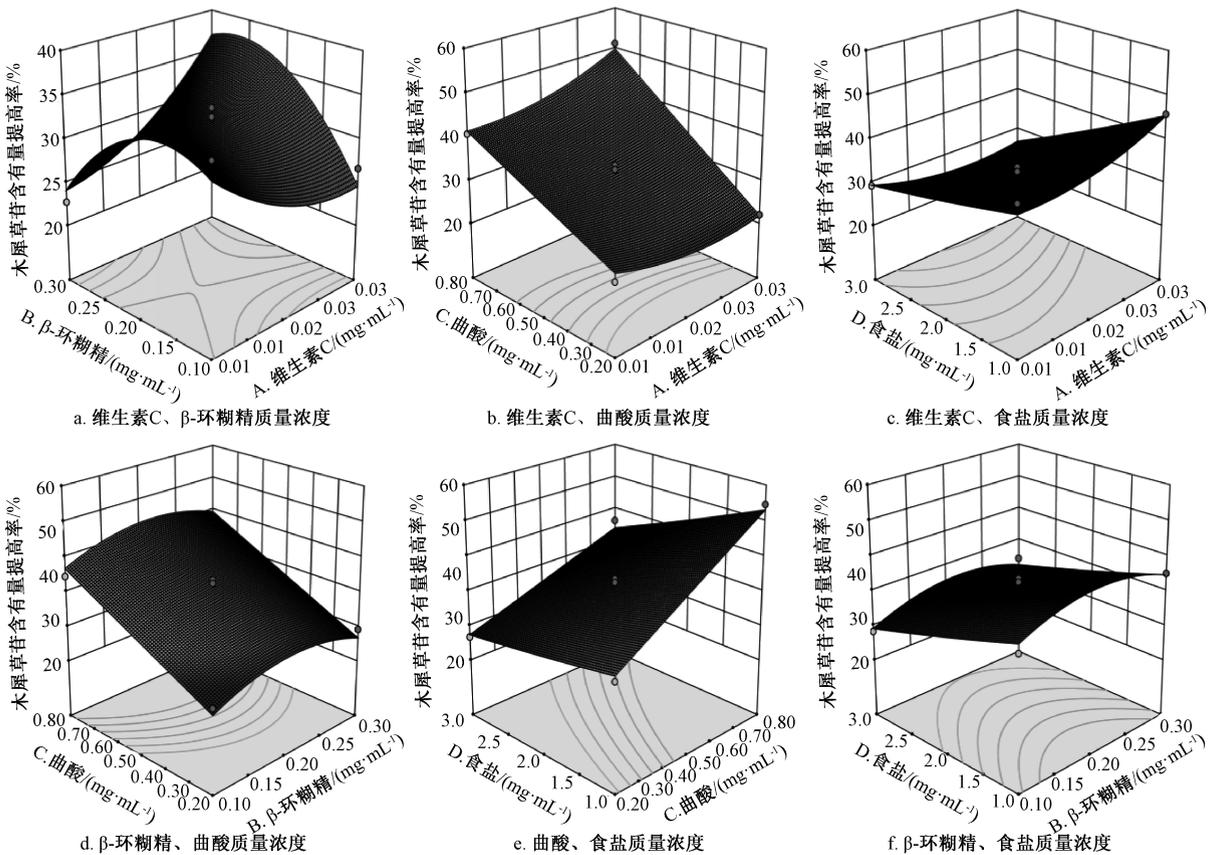


图5 各因素响应面图

Fig. 5 Response surface plots for various factors

表4 方差分析

Tab. 4 Analysis of variance

因素	离均差平方和	自由度	均方	F 值	P 值
模型	2 515.15	14	179.65	34.15	<0.000 1
A	20.11	1	20.11	3.82	0.070 8
B	13.64	1	13.64	2.59	0.129 6
C	1 489.97	1	1 489.97	183.21	<0.000 1
D	544.22	1	544.22	103.44	<0.000 1
AB	105.12	1	105.12	19.98	0.000 5
AC	34.15	1	34.15	6.49	0.023 2
AD	26.94	1	26.94	5.12	0.040 1
BC	0.20	1	0.20	0.039	0.847 0
BD	0.68	1	0.68	0.13	0.724 5
CD	31.68	1	31.68	6.02	0.027 8
A ²	38.30	1	38.30	7.28	0.017 3
B ²	166.40	1	166.40	31.64	<0.000 1
C ²	4.544×10 ⁻³	1	4.544×10 ⁻³	8.638×10 ⁻³	0.977 0
D ²	0.74	1	0.74	0.14	0.713 2
残差	73.65	14	5.26	—	—
失拟项	66.90	10	6.69	3.96	0.098 3
净误差	6.75	4	1.69	—	—
总和	2 588.81	26	—	—	—

复方抑制剂最佳组成为 0.2 mg/mL 维生素 C, 2.3 mg/mL β-环糊精, 8.0 mg/mL 曲酸, 10.6 mg/mL 食盐, 在料液比 1 : 8 条件下浸泡金银花 120 min 后经热风干燥, 测得木犀草苷含有量提高率达到

55.61%, 可有效改善其他加工方法对其含有量提高不明显的状况, 并且与预测值 56.18% 高度吻合, 模型拟合度较好。此外, 该复合抑制剂对绿原酸含有量也有一定程度提高, 对金银花产地加工具有较高的实用价值。

参考文献:

[1] 文庆, 舒华琼, 丁野, 等. 金银花与山银花的资源分布和种植技术发展概况[J]. 中国药业, 2018, 27(2): 1-5.
 [2] 张增强, 杜根川, 魏军团, 等. 通渭县金银花试验种植及推广前景研究[J]. 中国水土保持, 2017(8): 30-32.
 [3] 黄秋兰, 蒋宗孝, 谢世平, 等. 将乐县金银花气候生态适应性及种植分区探讨[J]. 福建热作科技, 2017, 42(3): 57-62.
 [4] 周洁, 邹琳, 刘伟, 等. 金银花商品规格等级标准研究[J]. 中药材, 2015, 38(4): 701-705.
 [5] 冯小峰, 林昌虎, 王晓, 等. 不同干燥方法对山银花促褐变酶活性和活性成分的影响[J]. 食品工业科技, 2014, 35(3): 76-80.
 [6] 王玲娜, 孙希芳, 张芳, 等. 金银花贮藏过程中的美拉德反应[J]. 山东农业科学, 2017, 49(9): 82-87.
 [7] 侯爽爽, 罗磊. 金银花热风干燥过程中颜色的劣变机理[J]. 农产品加工(学刊), 2010(10): 63-65.
 [8] 李菁, 郑玉光, 潘红梅, 等. 微波真空干燥对金银花品质

- 的影响[J]. 中药材, 2016, 39(5): 1032-1034.
- [9] 罗 磊, 康新艳, 朱文学, 等. 热泵远红外联合干燥金银花的工艺优化及品质控制[J]. 食品科学, 2016, 37(18): 6-12.
- [10] 王 宴. 不同干燥技术对川产细毡毛忍冬药用品质的影响[J]. 华西药学杂志, 2017, 32(2): 202-204.
- [11] 刘 艳, 何 兵, 熊 伟, 等. 不同加工方法对泸州山银花品质影响的研究[J]. 药物分析杂志, 2013, 33(11): 1984-1988.
- [12] 罗 磊, 周燕燕, 朱文学, 等. 金银花多酚氧化酶特异性与抑制剂动力学研究[J]. 农业机械学报, 2014, 45(7): 202-208.
- [13] 常大伟, 魏送送. 酥梨多酚氧化酶的提取及其性质[J]. 食品工业, 2014, 35(2): 88-91.
- [14] Li Y X, Wills R B H, Golding J B, *et al.* Effect of halide salts on development of surface browning on fresh-cut ‘Granny Smith’ (*Malus domestica* Borkh) apple slices during storage at low temperature [J]. *J Sci Food Agric*, 2015, 95(5): 945-952.
- [15] 吕艳芳, 陈培丽, 李颖畅, 等. 曲酸对蘑菇多酚氧化酶的抑制作用[J]. 中国食品学报, 2017, 17(4): 30-36.
- [16] Liu L, Cao S Q, Qi X Y, *et al.* The effect of pH on the activity, thermokinetics and inhibition of polyphenol oxidase from peach[J]. *J Food Sci Tech*, 2015, 52(11): 7465-7471.
- [17] Du Y J, Dou S Q, Wu S J. Efficacy of phytic acid as an inhibitor of enzymatic and non-enzymatic browning in apple juice[J]. *Food Chem*, 2012, 135(2): 580-582.
- [18] 马东来, 社会茹, 蒋翠岚, 等. Box-Behnken 响应面法优化浙贝母中二氧化硫残留量的测定[J]. 中成药, 2016, 38(7): 1556-1559.

五味子中五味子醇甲提取纯化工艺的优化

牟倩倩^{1,2}, 马祖兵¹, 孙 强¹, 赵甜甜¹, 谢 龙¹, 李 化^{2*}, 李小芳^{1*}

(1. 成都中医药大学药学院, 中药材标准化教育部重点实验室, 四川省中药资源系统研究与开发利用重点实验室——省部共建国家重点实验室培育基地, 四川 成都 611137; 2. 中国中医科学院中药研究所, 道地药材国家重点实验室培育基地, 北京 100700)

摘要: 目的 优化五味子中五味子醇甲提取纯化工艺。方法 在单因素试验基础上, 以乙醇体积分数、提取时间、提取温度为影响因素, 五味子醇甲提取率为评价指标, Box-Behnken 响应面法优化提取工艺; 以五味子醇甲收率为评价指标, 上样液质量浓度、洗脱剂(乙醇)体积分数、洗脱剂用量为影响因素, Box-Behnken 响应面法优化纯化工艺。结果 最佳提取工艺为乙醇体积分数 81%, 提取时间 14 min, 提取温度 40 ℃, 料液比 1:10, 五味子醇甲提取率 0.587%。最佳纯化工艺为 AB-8 型大孔吸附树脂, 上样液质量浓度 0.06 g/mL, 体积流量 1.0 mL/min, 用量 160 mL; 洗脱剂体积分数 85%, 体积流量 2.0 mL/min, 用量 62 mL, 五味子醇甲收率 94.51%。结论 该方法操作简便, 稳定可靠, 可用于提取纯化五味子中五味子醇甲。

关键词: 五味子; 五味子醇甲; 提取; 纯化; Box-Behnken 响应面法

中图分类号: R284.2

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)02-0255-07

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.02.003

Extraction and purification technique optimization for schisandrin from *Schisandra chinensis*

MOU Qian-qian^{1,2}, MA Zu-bing¹, SUN Qiang¹, ZHAO Tian-tian¹, XIE Long¹, LI Hua^{2*}, LI Xiao-fang^{1*}

(1. Ministry of Education Key Laboratory for Standardization of Chinese Medicinal Materials; Sichuan Provincial Key Laboratory for Systematic Research,

收稿日期: 2018-04-08

基金项目: 中央级公益性科研院所基本科研业务费专项资金资助(ZXKT17065); 国家中医药管理局中医药行业科研专项(201407003)

作者简介: 牟倩倩(1992—), 女, 硕士生, 从事中药新制剂、新剂型、新技术研究。Tel: 18382187463, E-mail: 511794338@qq.com

*通信作者: 李 化(1976—), 女, 博士, 副研究员, 硕士生导师, 从事中药质量评价研究。Tel: 13810631552, E-mail: lihua621@hotmail.com

李小芳(1964—), 女, 博士, 博士生导师, 从事中药新制剂、新剂型、新技术研究。Tel: 13808195110, E-mail: lixiaofang918@163.com