

正交试验优化狼牙刺种子中生物碱类成分的提取工艺*

胡锦涛 黎丹 王小平** 白吉庆 王芳 王金 王亚恒

(陕西中医药大学, 陕西 咸阳 712046)

摘要:目的 优选狼牙刺种子中生物碱类成分的提取工艺。方法 采用正交试验设计,以提取时间、料液比和提取次数为考察因素,采用高效液相色谱(HPLC)法测定3种生物碱(苦参碱、氧化苦参碱和槐定碱)的含量。色谱柱为 Hypersil GOLD C₁₈柱,流动相为乙腈-0.2%磷酸(5:95),流速为1.0 mL·min⁻¹,检测波长为205 nm。结果 最佳工艺为10倍量的水回流提取3次,每次3 h。结论 该工艺稳定性好,简单可行,可用于狼牙刺中生物碱类成分的提取。

关键词:狼牙刺;生物碱;提取工艺;正交试验;高效液相色谱法

中图分类号: R 284.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 2096-1340(2017)02-0075-04

DOI: 10.13424/j.cnki.jsctcm.2017.02.027

狼牙刺种子,为豆科槐属植物白刺花 *Sophora viciifolia* Hance 的干燥成熟种子,始载于《植物名实图考》,又名白刺花、苦刺、铁马胡烧等,是秦巴山区传统中药材,具有清热燥湿,凉血解毒,利湿消肿等功效,用于咽喉肿痛、热症出血、痈肿疔毒等^[1-3]。狼牙刺种子富含多种生物碱类成分,主要有苦参碱(matrine, MT)、氧化苦参碱(oxymatrine, OMT)、槐定碱(sophoridine, SD)、槐果碱(sophocarpine, SP)、氧化槐果碱(oxysophocarpine, OSP)等^[4-5]。目前,关于狼牙刺种子的研究主要集中在生物碱类成分含量测定方法的建立^[6-8]、单体生物碱类成分的纯化工艺^[9]等。关于总生物碱提取工艺的优化,本课题组采用酸性染料比色法,以总生物碱(以苦参碱计)的提取率为评价指标,进行初步研究^[10],但实验结果不理想。为了避免酸性染料比色法对总生物碱测定的影响,本试验采用HPLC,以3种主要生物碱(MT、OMT、SD)的含量为参考指标,优选总生物碱的较佳提取工艺,为开展狼牙刺中苦参类生物碱的开发利用研究提供依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Dionex UltiMate 3000 全自动高效液相

色谱仪(美国戴安);101-2型电热鼓风干燥箱(北京科伟永兴仪器有限公司);BT125D型双量程电子分析天平(德国赛多利斯);Direct-Q®3UV纯化水机(法国默克密理博)。

1.2 试剂 狼牙刺种子采自陕西商洛,经陕西中医药大学白吉庆副教授鉴定为豆科槐属白刺花(*Sophora viciifolia* Hance)的种子,置于80℃烘箱内烘干,粉碎,过3号筛,备用。MT对照品(批号:110805-200508,供含量测定用)、OMT对照品(批号:110780-201007,纯度:92.3%)、SD对照品(批号:110784-200804,纯度99.6%)均由中国食品药品检定研究院提供。乙腈(色谱纯,德国默克);其他试剂均为分析纯(天津市天力化学试剂有限公司);水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 单因素试验的考察^[11]

2.1.1 提取方法的考察 精密称取狼牙刺种子粉末2 g,加入10倍量水,分别采用超声、回流2种方法提取1 h,结果回流法得到的3种生物碱的提取率均高于超声法,故选择回流提取法。

2.1.2 提取溶剂的考察

精密称取狼牙刺种子

* 基金项目:陕西省科技厅资助项目(2014K14-01-01);陕西省教育厅资助项目(2013JK0834)

** 通讯作者:王小平(1976-),女,博士后,教授,硕士研究生导师,主要从事中药质量评价及新药开发研究。E-mail: wangxiaoping323@126.com