

当归根、茎中总黄酮的提取工艺优化^Δ

罗旭东*,李成义#,李旭,强正泽,冯晓莉,王明伟,李硕,王燕(甘肃中医药大学药学院,兰州 730000)

中图分类号 R284.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2018)03-0364-05
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2018.03.18

摘要 目的:优化当归根、茎中总黄酮的提取工艺。方法:以提取溶剂乙醇的体积分数、料液比、提取时间、提取次数等为考察因素,以提取液中总黄酮含量为评价指标,在单因素试验基础上采用 Box-Behnken 设计-响应面法优化当归根、茎中总黄酮的回流提取工艺。结果:当归根、茎中总黄酮最优提取工艺分别为乙醇体积分数 70%、50%,料液比 1:40、1:30,提取时间 1.3、1.7 h,均提取 2 次;验证试验中总黄酮含量分别为 7.253 6、25.144 1 mg/g(RSD=1.57%、1.49%, $n=3$),与模型预测值(6.942 8、25.703 5 mg/g)的相对误差分别为 4.28%、2.24%。结论:优化后的当归根、茎中总黄酮的提取工艺方法简单,重现性和可预测性较好。
关键词 当归;根;茎;总黄酮;单因素试验;Box-Behnken 设计;响应面法;回流提取;工艺优化

Optimization of the Extraction Technology of Total Flavonoids from the Roots and Stems of *Angelica sinensis*

LUO Xudong, LI Chengyi, LI Xu, QIANG Zhengze, FENG Xiaoli, WANG Mingwei, LI Shuo, WANG Yan
(School of Pharmacy, Gansu College of TCM, Lanzhou 730000, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To optimize reflux extraction technology of total flavonoids from the roots and stems of *Angelica sinensis*. METHODS: The reflux extraction technology of total flavonoids from the roots and stems of *A. sinensis* was optimized by Box-Behnken design-response methodology based on single factor test using volume fraction of extraction solvent ethanol, solide-liquid ration, extraction time, extraction times as investigation factors, the content of total flavonoids in extract as evaluation index. RESULTS: The optimal extraction technology of total flavonoids from the roots and stems of *A. sinensis* was that volume fractions of ethanol were 70% and 50%; solid-liquid ratios were 1:40 and 1:30; extraction time were 1.3 h and 1.7 h; The number of extraction times is two times. In verification test, the contents of total flavonoids were 7.253 6, 25.144 1 mg/g (RSD=1.57%, 1.49%, $n=3$); relative errors of those to predicted value (6.942 8, 25.703 5 mg/g) were 4.28%, 2.24%. CONCLUSIONS: Optimized extraction technology for total flavonoids from the roots and stems of *A. sinensis* is simple, reproducible and predictable.
KEYWORDS *Angelica sinensis*; Roots; Stems; Total flavonoids; Single factor test; Box-Behnken design; Response methodology; Reflux extraction; Technology optimization

[J].中国中药杂志,2005,30(8):569-571.

[6] 孟庆煊,祖元刚,王化,等.牡丹种皮中芍药苷和丹皮酚的优化提取工艺[J].安徽农业科学,2015,43(17):68-71.

[7] 郑礼娟,秦昆明,蔡皓,等多指标正交试验优选白术芍药散提取工艺[J].中国中药杂志,2013,38(10):1504-1509.

[8] 张星海,李嫒,秦昆明,等多指标正交试验优化菊花提取工艺[J].中国中药杂志,2013,38(6):821-824.

[9] 梁苗苗,林强,王洋.运用多指标数据归一化加权法综合评价我国护理期刊的学术影响力[J].护理学杂志,2011,26(21):88-90.

[10] 曹春泉.牡丹皮的化学成分研究进展[J].广州化工,2013,41(12):44-45.

[11] 范旭航,马天成,沈旭,等. UPLC 法测定不同产地不同部位牡丹皮中 6 种活性成分[J].中成药,2012,34(2):317-320.

[12] 王祝举,唐力英,赫炎.牡丹皮的化学成分和药理作用[J].现代药物与临床,2006,21(4):155-159.

[13] 汤喜兰,刘建勋,李磊.中药有机酸类成分的药理作用及在心血管疾病的应用[J].中国实验方剂学杂志,2012,18(5):243-246.

[14] DING HY, LIN HC, CHANG TS. Tyrosinase inhibitors isolated from the roots of *Paeonia suffruticosa*[J]. *Int J Cosmetic Sci*,2010,32(2):162-162.

[15] 徐金龙,张红梅,徐秀泉.响应面设计法优化牡丹皮中总酚的提取工艺[J].安徽农业科学,2010,38(34):19295-19297.

[16] 王艳华,吴德玲,刘劲松,等.牡丹皮中丹皮总苷的提取工艺研究[J].安徽中医学院学报,2012,31(2):69-71.

[17] 徐金龙,张红梅,徐秀泉.响应面分析法优化牡丹皮中总黄酮的提取工艺[J].中国药房,2011,22(27):2536-2538.

(收稿日期:2017-06-07 修回日期:2017-11-06)

(编辑:刘萍)

Δ 基金项目:2016 年甘肃省中医药管理局科研立项项目(No. G2k-2016-34)

* 硕士研究生。研究方向:中药鉴定与品质评价。电话:0931-8765385。E-mail:2455008357@qq.com

通信作者:教授,博士生导师。研究方向:中药品种与质量研究。电话:0931-8765385。E-mail:gslichengyi@163.com

当归为伞形科植物当归[*Angelica sinensis* (Oliv.) Diels]的干燥根,味甘、辛,性温,能补血和血、调经止痛、润燥滑肠,临床上主要用于血虚萎黄、眩晕心悸、月经不调、经闭痛经、肠燥便秘等证^[1]。当归中主要含苯酞、黄酮、多糖、有机酸等多种类型的化学成分^[2-4],其中黄酮类化合物具有抗衰老、抗菌、保肝、降压、抗癌、抗炎镇痛、免疫调节等多种生物活性^[5-9],且其在人体内不能合成,只能外源性获取^[6]。因此,对黄酮类化合物活性成分的提取具有重要的研究价值。

当归药食两用历史悠久,历代本草均对其有记载。经笔者调查发现,2014年甘肃岷县当归种植面积达1.01万hm²,总产量2×10⁷ kg左右^[10]。但由于在传统用药习惯中,当归仅以根入药,故每年采收后当归大量的地上部分被丢弃,不仅污染了产地环境而且造成了资源的极大浪费。已有研究表明,当归地上部分中含有很多活性成分,如具有抗菌、抗凝血活性的金丝桃苷、绿原酸等成分^[11-12]。近年来,对中药资源进行合理利用并扩大其药用部位等研究已被广泛关注,但关于当归地上部分茎总黄酮的提取和含量测定却鲜见报道。

本研究以乙醇为提取溶剂,采用单因素试验与Box-Behnken设计相结合的方法,以提取时间、料液比、乙醇的体积分数、提取次数等为考察因素,以总黄酮含量为评价指标,采用响应面法优化当归根、茎中总黄酮的回流提取工艺,为当归茎的综合开发利用提供参考依据。

1 材料

1.1 仪器

UV-2401-PC型紫外-可见分光光度计(日本岛津公司);BT25S型电子分析天平(精度:1/100 000)、BT124S型电子分析天平(精度:1/10 000)均来源于北京赛多利斯仪器有限公司;DK-98-II A型电热恒温水浴锅(天津市泰斯特仪器有限公司);101-1型电热恒温鼓风干燥箱(北京市永兴仪器有限公司)。

1.2 药材、药品与试剂

采集甘肃岷县十里镇2016年10月初当归根、茎(海拔:2 313.1 m,经度:104°0' 10",纬度:34°26' 2"),经甘肃中医药大学李成义教授鉴定为伞形科植物当归的根、茎;芦丁对照品(上海源叶生物科技有限公司,批号:B20771,纯度:98%);无水乙醇、亚硝酸钠、氢氧化钠、硝酸铝均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 总黄酮含量测定

2.1.1 供试品溶液的制备 精密称取样品粉末2.0 g,用80%乙醇为溶剂,称质量;回流提取1 h,取出,冷却至室温,称质量并用80%乙醇补足减失的质量,过滤,滤液用80%乙醇定容于100 mL量瓶中,摇匀,即得。

2.1.2 标准曲线的制备 精确称取干燥至恒质量的芦丁对照品0.005 03 g,用75%乙醇溶解并定容至25 mL

量瓶中。精密吸取0.5、1、2、2.5、4 mL,上述溶液置于10 mL具塞试管中,加5%亚硝酸钠溶液0.3 mL,摇匀;静置6 min;再加10%硝酸铝溶液0.3 mL,摇匀,静置6 min,最后加4%氢氧化钠溶液4.0 mL,加水至刻度,摇匀;静置10 min,于510 nm波长下测吸光度。以吸光度为纵坐标(y)、芦丁质量浓度为横坐标(x)进行线性回归,得方程 $y=6.254\ 1x-0.011\ 3$ ($R^2=0.999\ 6$),表明芦丁检测质量浓度线性范围为0.036 98~0.148 9 mg/mL。

2.1.3 精密度、稳定性、重复性和准确度试验 精密吸取供试品溶液5 mL,按“2.1.2”项下方法操作后测定吸光度,连续测定6次,结果吸光度的RSD=1.06%($n=6$),表明仪器精密度良好。分别取供试品溶液放置0、2、4、6、8、10、24 h后测定,结果总黄酮含量的RSD=2.38%($n=7$),表明供试品溶液在24 h内稳定性良好。按“2.1.1”项下方法平行制备6份供试品溶液,照“2.1.2”项下方法操作后测定吸光度,结果吸光度的RSD=1.61%($n=6$),表明该方法重复性良好。精密称取已知含量的样品粉末0.5 g,共6份,分别精密加入一定量的芦丁对照品溶液(1 mg/mL),按“2.1.1”项下方法制成供试品溶液,再按“2.1.2”项下方法测定,计算含量及回收率。结果,平均回收率为92.4%(RSD=2.35%, $n=6$),表明该方法准确度良好。

2.1.4 总黄酮含量的测定 精密吸取各供试品溶液5 mL,按“2.1.2”项下方法测定吸光度,计算样品中总黄酮的含量(mg/g)。

2.2 当归根、茎中总黄酮提取工艺优化单因素试验

笔者在前期试验中发现,回流提取总黄酮含量较超声提取法高,故本试验采用回流提取法提取当归根、茎中总黄酮。以料液比、乙醇体积分数、提取时间、提取次数为因素,考察各因素提取条件下的总黄酮含量。

2.2.1 乙醇体积分数 精密称取当归根、茎样品粉末2.0 g,固定当归根、茎料液比为1:30,于80℃恒温水浴中回流提取1 h,考察不同体积分数(50%、60%、70%、80%、90%)的乙醇对当归根中总黄酮含量的影响,结果见图1A;同时,考察不同体积分数(40%、50%、60%、70%、80%)的乙醇对当归茎中总黄酮含量的影响,结果见图2A。

由图1A、图2A可知,随着乙醇体积分数的增加,当归根、茎中总黄酮含量呈上升趋势,乙醇体积分数分别为80%、50%时总黄酮含量达到最高值,再增加乙醇体积分数而总黄酮含量呈下降趋势,确定当归根、茎中总黄酮提取时乙醇体积分数分别以80%、50%较优。

2.2.2 料液比 精密称取当归根、茎样品粉末2.0 g,固定当归根、茎提取时乙醇体积分数分别为80%、50%,于80℃恒温水浴中回流提取1 h,考察不同料液比(根:1:20、1:25、1:30、1:35、1:40;茎:1:15、1:20、1:25、1:30、1:35)对当归根、茎中总黄酮含量的影响,结果见图1B、图2B。

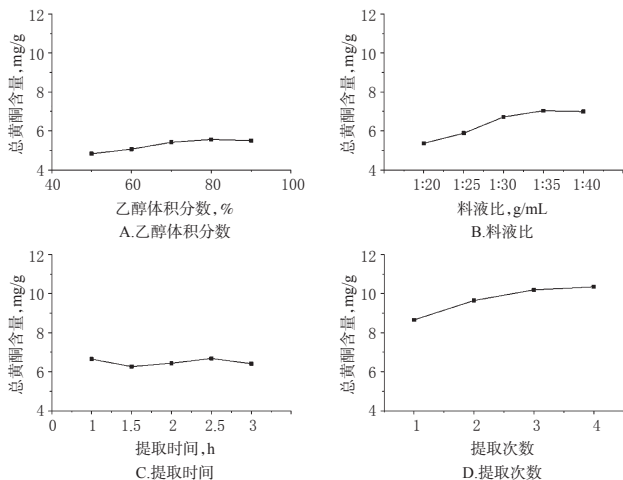


图1 当归根总黄酮提取单因素考察结果

Fig 1 Results of single factor test for total flavonoids of the roots of *A. Sinensis*

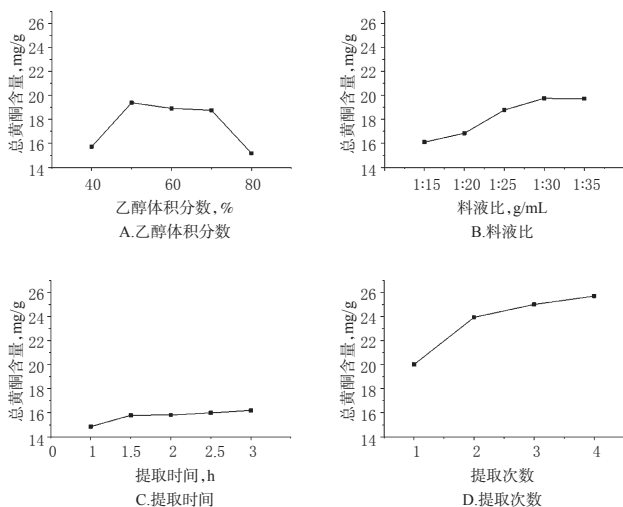


图2 当归茎总黄酮单因素考察结果

Fig 2 Results of single factor test for total flavonoids of the stems of *A. Sinensis*

由图1B、图2B可知,随着料液比的增加,当归根、茎总黄酮含量呈上升趋势,料液比分别为1:35、1:30时总黄酮含量达到最高值,再增加总黄酮含量变化微小,综合考虑提取效率,确定当归根、茎料液比分别为1:35、1:30。

2.2.3 提取时间 精密称取当归根、茎样品粉末2.0 g,固定当归根提取时乙醇体积分数为80%、料液比1:35,当归茎提取时乙醇体积分数为50%、料液比1:30;于80℃恒温水浴中回流提取,考察不同提取时间(1、1.5、2、2.5、3 h)对当归根、茎总黄酮含量的影响,结果见图1C、图2C。

由图1C可知,随着提取时间的增加,当归根总黄酮含量呈先下降后上升趋势,2.5 h达最大值,且提取时间为1、2.5 h时总黄酮含量差别较小,综合考虑提取效率,确定当归根提取时间为1 h。由图2C可知,随着提取时间的增加,当归茎总黄酮含量呈上升趋势,1、1.5 h呈急

剧上升趋势,随提取时间的增加上升趋势变缓,总黄酮含量增长幅度较小,综合考虑提取效率,确定当归茎提取时间为1.5 h。

2.2.4 提取次数 精密称取当归根、茎样品粉末2.0 g,固定当归根提取时乙醇体积分数为80%、料液比1:35,于80℃恒温水浴中回流提取1 h;固定当归茎提取时乙醇体积分数为50%、料液比1:30,于80℃恒温水浴中回流提取1.5 h,考察不同提取次数(1、2、3、4次)对当归根、茎总黄酮含量的影响,结果见图1D、图2D。

由图1D可知,随着提取次数的增加,当归根总黄酮含量呈上升趋势,但随提取次数的增加,总黄酮含量变化较小,为提高提取效率,确定当归根提取次数为1次。由图2D可知,随着提取次数的增加,当归茎总黄酮含量呈上升趋势,提取2次时总黄酮含量急剧上升,继续增加提取次数,总黄酮含量变化较小,综合考虑,确定当归茎提取次数为2次。

2.3 当归根、茎中总黄酮提取工艺优化响应面试验

2.3.1 试验设计 在单因素试验的基础上,根据Box-Behnken设计原理,选取提取时间(X_1)、料液比(X_2)、乙醇体积分数(X_3)3个因素为自变量,以所得总黄酮含量为响应值(Y),设计3因素5水平共20个试验点的响应面分析试验,其中14个析因试验、6个中心试验,并综合单因素试验结果确定零水平和波动区。试验设计因素与水平见表1;设计与结果见表2。

表1 因素与水平

Tab 1 Factors and levels

水平	因素					
	根			茎		
	X_1 (提取时间),h	X_2 (料液比),g/mL	X_3 (乙醇体积分数),%	X_1 (提取时间),h	X_2 (料液比),g/mL	X_3 (乙醇体积分数),%
-1.682	0.159	1:18.18	46.36	0.659	1:13.18	33.18
-1	0.5	1:25	60	1	1:20	40
0	1	1:35	80	1.5	1:30	50
1	1.5	1:45	100	2	1:40	60
1.682	1.84	1:51.82	113.64	2.34	1:46.82	66.82

2.3.2 模型建立与显著性分析 采用分析软件 Design-Expert 8.0.5对试验数据进行回归分析,得到多元二次回归拟合方程如下:当归根为 $Y=6.63+0.046X_1+0.57X_2-0.30X_3+0.078X_1X_2+0.095X_1X_3+8.5\times10^{-3}X_2X_3-0.083X_1^2-0.31X_2^2-0.93X_3^2$;当归茎为 $Y=25.16+0.16X_1+1.22X_2-0.51X_3+0.1X_1X_2+0.30X_1X_3+0.087X_2X_3-0.22X_1^2-0.82X_2^2-1.03X_3^2$ 。方差分析结果分别见表3、表4。

由表3可知,该模型回归($P=0.001\ 4<0.01$)显著,失拟项($P=0.067\ 2>0.05$)不显著,且该模型相关系数 $R^2=0.881\ 6$,说明该模型与试验拟合良好,表明该模型拟合效果较好,可用此模型来分析和预测回流提取当归根总黄酮的工艺条件。在各因素中, X_2 、 X_3 极显著, X_1 显著,其余均不显著;交互项无显著影响。由 F 值大小可以判断,在所选试验范围内,3个因素的总黄酮含量影响

表2 Box-Behnken设计与结果

Tab 2 Box-Behnken design and results

编号	根				茎			
	X_1	X_2	X_3	$Y, \text{mg/g}$	X_1	X_2	X_3	$Y, \text{mg/g}$
1	0	1.682	0	6.472	1	-1	1	20.890
2	-1	-1	-1	5.058	0	0	0	23.980
3	0	0	0	6.324	0	0	0	25.847
4	0	0	0	6.209	0	-1.682	0	21.090
5	0	0	0	6.721	0	0	-1.682	22.548
6	0	0	0	6.748	0	0	0	25.582
7	-1	1	1	5.759	0	0	1.682	21.712
8	-1	-1	1	4.832	0	0	0	26.048
9	1	1	-1	6.090	1.682	0	0	24.885
10	1.682	0	0	6.171	0	0	0	24.737
11	0	0	0	6.878	-1	1	-1	25.654
12	0	0	1.682	2.609	-1	1	1	23.090
13	1	-1	1	4.952	0	1.682	0	24.396
14	0	0	-1.682	4.898	0	0	0	24.806
15	0	-1.682	0	4.516	-1.682	0	0	23.980
16	-1	1	-1	6.039	-1	-1	1	21.092
17	1	1	1	6.279	1	-1	-1	22.615
18	1	-1	-1	4.885	1	1	1	24.814
19	0	0	0	6.980	-1	-1	-1	22.477
20	-1.682	0	0	6.109	1	1	-1	24.668

表3 当归根拟合回归模型的方差分析结果

Tab 3 Results of variance analysis for fitting regression model of the roots of *A. Sinensis*

来源	离均差平方和	自由度	均方差	F	P	显著性
模型	18.85	9	2.09	8.27	0.001 4	<0.01
X_1	0.03	1	0.03	0.11	0.744 8	
X_2	4.37	1	4.37	17.28	0.002 0	<0.01
X_3	1.23	1	1.23	4.86	0.052 0	
X_1X_2	0.05	1	0.05	0.19	0.670 3	
X_1X_3	0.07	1	0.07	0.29	0.604 0	
X_2X_3	0.00	1	0.00	0.00	0.962 8	
X_1^2	0.10	1	0.10	0.39	0.544 6	
X_2^2	1.40	1	1.40	5.52	0.040 6	<0.05
X_3^2	12.38	1	12.38	48.91	<0.000 1	<0.01
残差	2.53	10	0.25			
失拟项	2.06	5	0.41	4.32	0.067 2	
纯误差	0.48	5	0.10			
总差	21.38	19	$R^2=0.881\ 6$			

排序为 $X_2>X_3>X_1$ 。由表4结果可知,该模型回归($P=0.000\ 8<0.01$)显著,失拟项($P=0.579\ 6>0.05$)不显著,且该模型 $R^2=0.893\ 5$,表明该模型拟合效果较好,可用此模型来分析和预测回流提取当归茎总黄酮的工艺条件。在各因素中, X_2 、 X_2^2 、 X_3^2 高度显著, X_3 显著,其余均不显著;交互项无显著影响。由 F 值大小可以判断,在所选试验范围内,3个因素的总黄酮含量影响排序为 $X_2>X_3>X_1$ 。

2.3.3 响应面法优化试验 根据拟合模型绘制当归根、茎中总黄酮的响应面图,判断最优参数及各参数之间的交互作用,以此确定最优工艺参数范围,详见图3、图4。

(1) X_1 - X_2 。由图3A可知,当 X_3 值一定、 X_2 值不变时, Y 值随着 X_1 的增加变化较小,曲线较为平坦; X_1 值不变

表4 当归茎拟合回归模型的方差分析结果

Tab 4 Results of variance analysis for fitting regression model of the stems of *A. Sinensis*

来源	离均差平方和	自由度	均方差	F	P	显著性
模型	48.07	9	5.34	9.32	0.000 8	<0.01
X_1	0.35	1	0.35	0.62	0.450 6	
X_2	20.45	1	20.45	35.69	0.000 1	<0.01
X_3	3.52	1	3.52	6.14	0.032 6	<0.05
X_1X_2	0.08	1	0.08	0.14	0.715 8	
X_1X_3	0.70	1	0.70	1.23	0.294 2	
X_2X_3	0.06	1	0.06	0.10	0.753 2	
X_1^2	0.70	1	0.70	1.22	0.295 1	
X_2^2	9.63	1	9.63	16.81	0.002 1	<0.01
X_3^2	15.42	1	15.42	26.91	0.000 4	<0.01
残差	5.73	10	0.57			
失拟项	2.60	5	0.52	0.83	0.579 6	
纯误差	3.13	5	0.63			
总差	53.80	19	$R^2=0.893\ 5$			

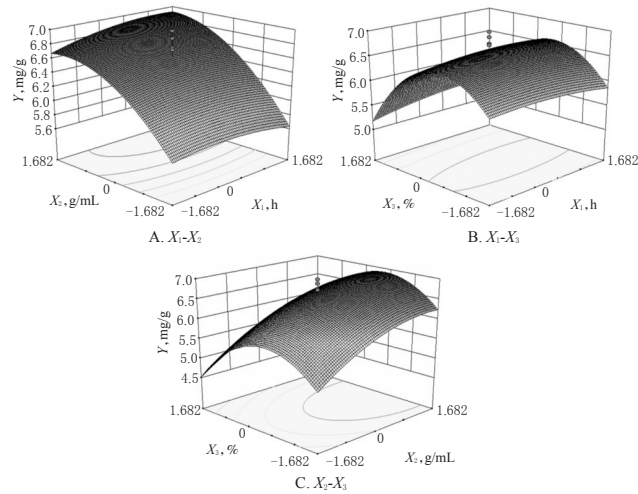


图3 当归根三维响应面图

Fig 3 Three-dimensional response surface diagram of the stems of *A. sinensis*

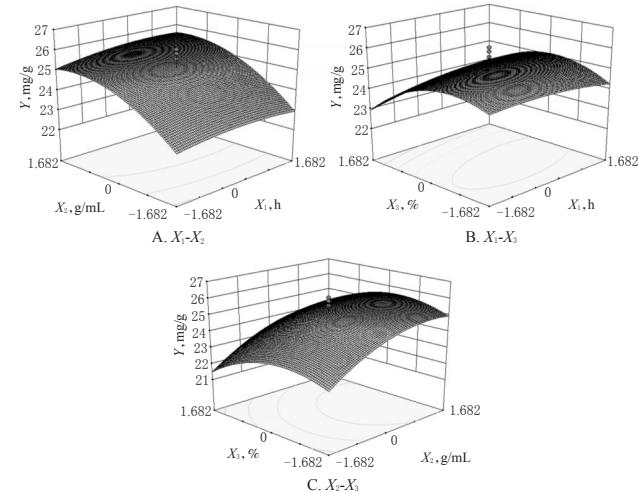


图4 当归茎三维响应面图

Fig 4 Three-dimensional response surface diagram of the roots of *A. sinensis*

时, Y 值随着 X_2 值的增加而增加, 到达一定程度后, 随着 X_2 值的增加变化缓慢。当料液比为 1:30~1:40 时, 总黄酮含量最高且几乎不变。由图 4A 可知, 当 X_3 值一定、 X_2 值不变时, Y 值随着 X_1 值的增加变化不大, 曲线较为平坦; X_1 值不变时, Y 值随着 X_2 值的增加而增加, 到达一定程度后, 随着数值的增加变化缓慢。当 X_2 值为 1:25~1:35 时, Y 值最高且几乎不变。

(2) X_1 - X_3 。由图 3B 可知, 当 X_2 值一定时、 X_3 值不变时, Y 值随着 X_1 值的增加变化较小, 曲线较为平坦; 当 X_1 值不变时, Y 值随着 X_3 值的增加而增加, 到达一定程度后, 随着 X_3 值的增加反而下降。当 X_2 值在 58%~74% 时, Y 值最高且几乎不变。根据相似相溶原理可知, 当归根总黄酮极性与此范围体积分数乙醇溶液的极性相当。由图 4B 可知, 当 X_2 值一定、 X_3 值不变时, Y 值随着 X_1 值的增加变化不大, 曲线较为平坦; 当 X_1 值不变时, Y 值随着 X_3 值的增加而增加, 到达一定程度后, 随着 X_3 值的增加反而下降。当乙醇体积分数在 45%~55% 时, Y 值最高且几乎不变。根据相似相溶原理可知, 当归茎总黄酮极性与此范围体积分数乙醇溶液的极性相当。

(3) X_2 - X_3 。结果见图 3C、图 4C。由图 3C、图 4C 可知, 当 X_1 值一定时, Y 值随 X_2 值及 X_3 值的增大均呈先增大后减小的趋势, 并从图形走向趋势看, X_2 值的影响效应更大。三者的交互作用与回归方差分析结果一致。

从响应面图可以判断出最佳点均落在试验考察区域内, 根据所得到的模型, 回流提取当归根、茎总黄酮最优提取条件分别为乙醇体积分数 67.53%、48.50%, 料液比 1:39.9、1:32.69, 回流时间 1.34、1.67 h。考虑到实际操作的可行性, 将当归根、茎总黄酮的提取工艺条件分别修正为乙醇体积分数 70%、50%, 料液比 1:40、1:30, 回流时间 1.3、1.7 h。

2.4 验证试验

分别精密称取 3 份当归根、茎样品各 100.0 g, 按上述修正的最优提取工艺进行验证试验, 操作方法同前。结果, 当归根提取液的总黄酮含量为 7.253 6 mg/g ($RSD=1.57\%$, $n=3$), 与理论预测值 6.942 8 mg/g 基本吻合(相对误差为 4.28%)。当归茎提取液的总黄酮含量为 25.144 1 mg/g ($RSD=1.49\%$, $n=3$), 与理论预测值 25.703 5 mg/g 基本吻合(相对误差为 2.24%)。

3 讨论

在试验前期, 笔者曾采用 80% 乙醇提取当归茎中总黄酮, 结果提取液呈绿色, 采用对提取液离心、活性炭吸附、石油醚萃取及石油醚索氏回流提取等方法去除叶绿素, 效果均不理想。但在后续单因素试验中发现, 乙醇体积分数在 50% 时当归茎总黄酮含量较高, 且提取液为棕黄色, 全波长扫描发现无叶绿素吸收峰, 推测在此乙醇体积分数条件下叶绿素对总黄酮提取液影响较小。故确定提取当归总黄酮时乙醇体积分数最低为 50%, 且由此简化了试验步骤。单因素试验结果表明, 当归根总

黄酮乙醇体积分数为 70%, 而当归茎乙醇体积分数为 50%, 由此可推断当归根中黄酮极性较小, 而当归茎中黄酮极性较大。

目前, 对当归地上部分茎总黄酮提取工艺的研究文献报道较少。Ben-Behnken 设计-响应面法相对于正交试验设计和均匀设计法具有预测性好、精确度高的特点, 故本课题组采用单因素试验与 Ben-Behnken 设计-响应面法相结合对当归根、茎总黄酮提取工艺进行优化。验证试验结果发现实测值与预测值的相对误差较小, 表明采用响应面法所得优化条件稳定、可靠。另外, 经比较发现, 当归茎中总黄酮含量约为根中总黄酮的 3.24 倍。故笔者认为应将当归地上部分特别是茎部合理开发利用, 在避免资源浪费的同时可增加经济效益, 由此还可提高当地药农生产积极性。本研究结果为当归地上部分茎的开发利用提供了参考依据。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 一部[S]. 2015 年版. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 133-134.
- [2] 李曦, 张丽宏, 王晓晓, 等. 当归化学成分及药理作用研究进展[J]. 中药材, 2013, 36(6): 1023-1028.
- [3] 王英, 张尚智, 朱田田, 等. 当归有效成分的提取与分析研究进展[J]. 中兽医医药杂志, 2016 (2): 75-79.
- [4] 李明, 李慧芬, 崔伟亮, 等. 当归主要化学成分及抗病毒、抗炎药理作用研究进展[J]. 山东中医杂志, 2013, 32(9): 694-695.
- [5] 赵梅, 周淑琴. 黄芩中黄酮类化合物抗肿瘤作用的研究进展[J]. 中国药房, 2013, 24(11): 1050-1052.
- [6] KUMAR S, PANDEY AK. Chemistry and biological activities of flavonoids: an overview[J]. *The Scientific World Journal*, 2013. DOI: 10.1155/2013/162750. eCollection 2013.
- [7] TAPAS AR, SAKARKAR DM, KAKDE RB. Flavonoids as nutraceuticals: a review[J]. *Herba Polonica*, 2008, 7 (3): 1089-1099.
- [8] 李芝, 王超云, 张树平, 等. 罗布麻叶总黄酮对高脂高盐大鼠高血压的影响及其分子机制[J]. 中草药, 2012, 43(3): 540-545.
- [9] 赛米热·艾尼瓦尔热, 木塔力甫·艾买提, 古扎力努尔·买提沙地克, 等. 高良姜总黄酮对宫颈癌 SiHa 细胞增殖和凋亡的影响[J]. 新疆医科大学学报, 2015, 38(8): 958-962.
- [10] 张建强, 刘文华. 岷县当归产业持续发展策略研究[J]. 安徽农学通报, 2016, 22(21): 9-11.
- [11] ZHOU GS, YANG NY, TANG YP, et al. Chemical constituents from the aerial parts of *Angelica sinensis* and their bioactivities[J]. *Chinese Journal of Natural Medicines*, 2012, 10(4): 295-298.
- [12] 胡淑毅, 刘东来. 当归地上部分中绿原酸和金丝桃苷的含量测定[J]. 中国实用医药, 2013, 8(24): 10-11.

(收稿日期: 2017-06-01 修回日期: 2017-07-10)

(编辑: 刘 萍)