



Technology Innovation and Application

双一流·中文核心期刊

海外数字阅读影响力百强期刊

科技创新与应用

科技创新与应用

Technology Innovation and Application

- ★ JST日本科学技术振兴机构数据库(日) (2018) 收录
- ★ 《中国核心期刊(遴选)数据库》收录期刊
- ★ CNKI系列数据库收录期刊
- ★ 《中国学术期刊网络出版总库》收录期刊
- ★ 《国家科技学术期刊开放平台》收录期刊
- ★ 《中文科技期刊数据库》收录期刊
- ★ 《中教数据库》收录期刊
- ★ 《超星期刊域出版系统》全文收录期刊
- ★ 龙源期刊网收录期刊

2023年第4期(2月上旬刊)



扫码关注公号 手机阅读本刊

第13卷
Vol.13

第4期
No.4

2023年2月(上)

科技创新与应用

Technology Innovation and Application

编辑委员会

主任委员

李美成 教授 博导 华北电力大学 国家科技奖评审专家
周涛 教授 博导 华北电力大学 国家自然科学基金评审专家
李红星 教授 博导 东华理工大学 国家自然科学基金评审专家
王傲雪 教授 博导 东北农业大学 国家科技进步二等奖
江牧 教授 博导 苏州大学 教育部研究生毕业论文评议专家
高祥生 教授 博导 东南大学 全国有成就资深室内建筑师
张建坤 教授 博导 东南大学 交通学会科技进步特等奖
刘玉柱 教授 博导 南京信息工程大学 国际 ELSEVIER 出版社“杰出审稿人”奖
张甲 教授 博导 哈尔滨工业大学 国家优青、黑龙江省自然科学一等奖

副主任委员

李高建 教授 硕导 泰山学院 国家“万人计划”教学名师 国务院特聘专家
陈明彪 教授 硕导 青海大学 教育部科技项目结题评审专家
蒙丹 教授 硕导 贵州大学 主持国家级基金多项
孙美玲 教授 硕导 湖北大学 全国生物技术职业教育教学指导委员会委员
崔宏巍 教授 硕导 深圳职业技术学院 广东省综合评标专家
安和平 研究员 硕导 贵州大学 享受国务院政府特殊津贴专家
隋秀梅 教授 长春职业技术学院 吉林省有突出贡献中青年技术人才
马国利 教授 滨州学院无人机技术研究所所长 山东省科技工作者大赛二等奖

委员

吕辉 副教授 硕导 华南理工大学 国家自然科学基金评审专家
段忠贤 副教授 硕导 贵州大学 全国理论研究创新成果一等奖
许思安 副教授 硕导 华南师范大学 广东省职工经济技术创新能手
马缤辉 副教授 硕导 湖南科技大学 “湖湘青年英才”支持计划人选
陶塑 副教授 硕导 中国地质大学(北京) 主持多项国家科研项目
高庆飞 副教授 硕导 哈尔滨工业大学 黑龙江省科学技术进步二等奖
马晓君 副教授 硕导 佳木斯大学 第四届中国林业产业创新奖
吴响 副教授 硕导 徐州医科大学 江苏省双创计划(科技副总)
曲焱炎 副教授 哈尔滨工业大学 主持多项国家自然科学基金
庄林岚 副教授 硕导 山东大学 SCI 期刊审稿专家
段金伟 副教授 长安大学 SCI 期刊审稿专家
王茂先 副教授 韩山师范学院 美国科学促进会会员

总编辑 杨大伟
主编 温雪梅
编辑部主任 赵海琳
英文编审 史潘荣

科技创新与应用

旬刊 2011年创刊

第13卷 第4期 总第404期 2023年2月

目次

【创新前沿】

- 多层次轨道与城市群流空间耦合模式研究 李娟(1)
- 绿色发展对城市土地利用效率的影响
——基于门槛效应的分析 李菁,张曦(8)
- 小净距隧道爆破对加固既有隧道震动影响数值模拟研究 李萍萍(13)
- FDM打印双材料小腿假肢接受腔的算法研究 孙祁,谭跃刚(16)
- 大数据领域专利技术分析 卜婷婷,杨潇(21)
- 地震作用下山区陡坡地段桥梁地震响应分析 张洁,曾金明,游珊,等(25)
- 考虑电动汽车集群及碳捕集厂的经济调度研究 周鹏华,赖伟鹏,张昌鸿,等(29)
- 氮化镓功率电子器件上欧姆接触电极研究进展 郑文浩,田野(36)

【众创空间】

- 一种基于特征权重的文本分类新算法 胡晓辉(39)
- 基于非晶合金材料的开关恢复过电压抑制器设计与实现 姚成(43)
- 基于改进Apriori算法的商品智能推荐 张中秋(47)
- 基于半实物仿真的铁路叉车实训装置研究 全莹,王荆石,郑博文(51)
- 医院药房药品调剂模式创新
——以“高精度药品识别配送小车”为例 杨思,周蕾,吕叶,等(55)

【实验报告】

- 西北干旱区膜上灌对玉米作物的高效节水机理研究 李逸(59)
- 纳米碳酸钙晶体形状对硅酮密封胶性能的影响 田伟,汪丽红,周寒,等(63)
- 熟党参中5-羟甲基糠醛提取工艺优选 吕立铭,高娟,李大伟,等(67)

【研究视界】

- CPEFS模式预报产品在昌都市一次降水天气过程中的检验 孙禄,罗雄,唐利琴,等(72)

小青龙河堤防型式与稳定分析	宋来春,李 楨(79)
腰口隔堤加固施工抗滑稳定安全分析	潘永胆,邹朋成(82)
老旧砌体结构抗震加固研究综述	沈江元,毛喜芳(86)
水泥搅拌桩施工挤土效应分析	赵志国(89)
甘青隧道软弱围岩大变形控制技术研究	张克宏,吴红刚,黄新宇(93)
中低运量轨道交通系统特征与适应性分析	粟嘉炜(98)
特低渗气藏水平井分段多级压裂数值模拟研究	王 理(102)

【设计创新】

城市隧道消防水系统设计探讨	梁 印(107)
基于 PID 闭环控制的自动调酸系统设计	姚 宇(111)
装配式集装箱建筑适应性设计与快速建造技术研究	夏巧丽,谭筱君(115)
盐泰锡常宜公铁两用大桥供配电设计	卢 锋(119)

【方法创新】

S 型高强联锁块生产质量控制及施工铺设	吕 聪,方 悦(123)
循环水系统胶球清洗装置隐患治理方法	胡高斌,彭 浩,汪 涛,等(127)
冬季寒冷地区锅炉水压试验后保养措施	张 明(130)
高速公路沥青路面工程中 LNG 气站施工与运营安全措施	朱亚德(134)
益都中心医院新院区二期病房楼施工工艺流程及现场管理措施	刘庆云(138)
路桥现浇混凝土质量通病及施工处理	蓝海毅(142)
城市轨道交通盾构施工中始发试掘进风险识别及应对措施	李济灵(146)
海洋石油平台起重机液压系统故障诊断	陈卓明(150)

【技术·应用】

深基坑钢板桩支护技术在工程施工中的应用	张 伟(154)
免抹灰技术在房屋建筑工程中的应用	孟 迪(158)
水库清淤及淤积泥沙处理技术	王青峰,周 琪,刘晓光(162)
数字孪生技术在汽车行业中的应用	王红彦,阮 兵(166)
BIM 技术在绿色建筑节能设计中的应用研究	焦丽丽(170)
就地热再生工艺在城市道路改造中的应用	王晓鑫(174)
城市轨道交通隧道盾构施工技术特点分析与应用	钟伟超(178)
桥梁高墩柱模板及脱模技术应用研究	王国萍,赵卫冬(182)
路桥工程中沉降段路基路面施工技术要点	付 国(186)
精密水准测量在区域地面沉降监测中的应用	高建东,安江雷(190)
高速公路桥梁实心高墩爬模施工工艺研究	李永超(193)

KEJI CHUANGXIN YU YINGYONG

Technology Innovation and Application

Thrice-monthly Vol.13 No.4 Total No.404 February 2023

CONTENTS

- Research on the Coupling Model of Multi-level Orbit and Urban Agglomeration Space of Flow*
..... LI Juan(1)
- Influence of Green Development on Urban Land Use Efficiency*
--An Analysis Based on Threshold Effect
..... LI Jing, ZHANG Xi(8)
- Numerical Simulation of the Influence of Small-Interval Tunnel Blasting on the Reinforcement of the Existing Tunnel*
..... LI Pingping(13)
- Research on the Algorithm of the Calf Prosthesis Receiving Cavity Based on FDM Printing*
..... SUN Qi, TAN Yuegang(16)
- Seismic Response Analysis of Bridges on Steep Slopes in Mountainous Areas under Earthquake*
..... ZHANG Jie, ZENG Jinming, YOU Shan, et al.(25)
- A New Text Classification Algorithm Based on Feature Weight*
..... HU Xiaohui(39)
- Intelligent Commodity Recommendation Based on Improved Apriori Algorithm*
..... ZHANG Zhongqiu(47)
- Research on Railway Forklift Training Device Based on Hardware-in-the-Loop Simulation*
..... QUAN Ying, WANG Jingshi,Zheng Bowen(51)
- Effects of Nano Calcium Carbonate Crystal Shapes on Performance of Silicone Sealant*
..... TIAN Wei, WANG Lihong, ZHOU Han, et al.(63)

融合 · 汇智 · 传播 · 共享

科技创新与应用

(旬刊, 2011年创刊)

第13卷 第4期 总第404期 2023年2月

Technology Innovation and Application

(Thrice-monthly, started in 2011)

Vol.13, No.4, Total No.404, February 2023

主管 黑龙江省科学技术协会
主办 黑龙江省创联文化传媒有限公司
出版 黑龙江省创联出版有限公司
编辑 《科技创新与应用》编辑部
总编辑 杨大伟
主编 温雪梅
编辑部主任 赵海琳
英文编审 史潘荣
责任编辑 陈晓乐
编 司宝鑫 范玉阳 鲁艳
于会兰 曲庆莲 孙大鹏
办公室 温洪雨
美术设计 赵双
总编室电话 0451-82613427
编辑部电话 0451-82614854
投稿邮箱 kjcxyyy@163.com
网 址 www.kjcxyyy.com www.cxyy.cbpt.cnki.net
微信公众号 kjcxyyyzzs
刊 期 旬刊(每月8日、18日、28日)
地 址 (150076) 哈尔滨市道里区建国北六道街66号
印 刷 哈尔滨松龙印务有限公司

Administrated by Heilongjiang Association for Science and Technology
Sponsored by Heilongjiang Chuanglian Cultural Media Co., Ltd.
Published by Heilongjiang Chuanglian Publishing Co., Ltd.
Edited by Editorial Office of Technology Innovation and Application
General Editor: Yang Dawei
Editor-in-Chief: Wen Xuemei
Managing Editor: Zhao Hailin
English Editor: Shi Panrong
Copy Editors: Chen Xiaole
Coordination Editors: Si Baoxin, Fan Yuyang, Lu Yan
Yu Huilan, Qu Qinglian, Sun Dapeng

Office Director: Wen Hongyu
Art Designer: Zhao Shuang
General Editor's Telephone: 0451-82613427
Editorial Office Telephone: 0451-82614854
Email: kjcxyyy@163.com
Website: www.kjcxyyy.com www.cxyy.cbpt.cnki.net
WeChat: kjcxyyyzzs
Frequency of Publication: Published thrice a month (on the 8th, 18th and 28th of each month)
Address: 66 Jianguo North Sixth Street, Daoli District, Harbin City (150076)
Printed by Harbin Songlong Printing Co., Ltd.

邮发代号: 14-139

定 价: 30元/册

发 行: 黑龙江省邮政报刊发行局

中国标准连续出版物号 ISSN 2095-2945

CN 23-1581/G3

法律顾问: 北京大成(哈尔滨)律师事务所石江锋律师

ISSN 2095-2945



9 772095 294237

熟党参中 5-羟甲基糠醛提取工艺优选

吕立铭^{1,2}, 高娟^{1,2}, 李大炜^{1,2}, 侯秋苑^{1,2}

(1.惠州卫生职业技术学院, 广东 惠州 516025; 2.惠州市药用植物研究与开发重点实验室, 广东 惠州 516025)

摘要: 优选熟党参中 5-羟甲基糠醛(5-HMF)的最佳提取工艺。采用高效液相色谱法测定熟党参中 5-羟甲基糠醛含量为评价指标, 通过单因素试验法确定最佳提取方法和最佳提取溶剂, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验设计对 5-羟甲基糠醛提取工艺进行优选。提取工艺确定为采用超声波提取法, 以甲醇为提取溶剂, 液固比 100:1(mL:g), 提取 2 次, 每次 0.5 h。优选得到的 5-羟甲基糠醛提取工艺简便易行, 稳定性好, 结果准确可靠。

关键词: 熟党参; 5-羟甲基糠醛; 单因素试验; 正交设计试验; 提取工艺

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 2095-2945(2023)04-0067-05

Abstract: To optimize the extraction process of 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF) in prepared Radix Codonopsis. The content of 5-HMF in prepared Radix Codonopsis was determined by high performance liquid chromatography as the evaluation index. The optimal extraction method and the optimal extraction solvent were determined by single factor test. The $L_9(3^4)$ orthogonal test was used to optimize the extraction process of 5-hydroxymethylfurfural. The extraction process was determined as ultrasonic extraction, methanol as extraction solvent, liquid-solid ratio 100:1(mL:g), extraction twice, 0.5 h each time. The optimized extraction process of 5-HMF in prepared Radix Codonopsis is simple, stable, accurate and reliable.

Keywords: prepared Radix Codonopsis; 5-Hydroxymethylfurfural; single factor test; orthogonal design test; extraction process

党参又称上党人参, 是临床常用的一味补益类中药, 也是药食同源性食材。来源于桔梗科植物党参、素花党参或川党参的干燥根, 其味性甘平, 主入足太阴脾经、手太阴肺经, 功效为补中益气, 养血生津, 临床用于治疗脾肺虚弱, 食少便溏, 咳嗽气喘, 气血两亏, 气短心悸, 津伤口渴, 内热消渴等症状^[1]。党参含有多种化学成分, 诸如糖类^[2-4]、炔类^[2, 3, 5]、黄酮类^[2, 3, 6]、生物碱类^[2, 3, 7]、萜类^[2, 3, 8]和木质素类^[2, 3, 9, 10]等。传统习惯认为党参以味甜者为佳, 究其原因主要是党参含有大量单糖、低聚糖等小分子糖, 如蔗糖、葡萄糖、果糖、半乳糖、甘露糖、鼠李糖、阿拉伯糖和木糖等^[2, 3, 11]。上述小分子糖类成分, 在炮制加工和储存等过程中, 都不可避免地发生美拉德反应和糖的热降解反应(还原糖的分解及蔗糖的焦化)而产生 5-羟甲基糠醛^[12-13]。

5-羟甲基糠醛(5-hydroxymethylfurfural, 简称 5-

HMF) 是由小分子糖在高温或弱酸等特殊环境下脱水产生的一种具有呋喃环结构的糠醛类小分子化合物, 是中药常见的成分之一, 也广泛存在于水果、面包、蛋糕及乳制品等食品中^[12-13]。根据文献报道^[13-15], 5-HMF 对人体具有多种药理作用。抗氧化活性^[16-17]、抗心肌缺血作用^[18-19]、改善血液流变学^[20-21], 同时 5-羟甲基糠醛对人体具有一定的毒副作用, 当含量超过一定限度时, 就会对人体产生危害, 过量的 5-羟甲基糠醛会损害人体横纹肌、内脏、基因和神经等, 对眼睛、皮肤、上呼吸道及黏膜有刺激作用^[11, 13, 22, 23], 是一种具有潜在安全隐患的内源性污染物, 常被作为注射液中的有害物质加以含量控制^[24]。因此, 控制中药中 5-羟甲基糠醛的含量至关重要。党参经过清蒸加工成熟党参后, 口感更加香甜, 颜色加深, 5-羟甲基糠醛含量急剧增加。然而, 关于熟党参中 5-羟甲基糠醛的提取工艺研究尚未见报道。

基金项目: 广东省教育厅 2021 年普通高校重点科研平台项目(2021DZX2082); 2021 年广东省科技创新战略专项(“攀登计划”专项)(pdjh2021b0932); 惠州市科技局 2020 年乡村振兴战略科技创新项目(2020SC0307024); 2021 年惠州市农村科技特派员驻镇帮扶项目(2021SCGK00307)

第一作者简介: 吕立铭(1981-), 男, 硕士, 副教授。研究方向为中药现代化标准、中药炮制。

本文以 5-羟甲基糠醛含量为评价指标,采用高效液相色谱法,优选熟党参中 5-羟甲基糠醛的提取工艺,为今后党参药材的质量控制和安全性研究奠定理论基础。

1 仪器与试剂

1.1 实验仪器

安捷伦 1260 型高效液相色谱仪(安捷伦科技有限公司,美国),资生堂反相色谱柱 Capcell pak C18 色谱柱(资生堂公司,日本,型号 4.6 mm×250 mm, 5 μm), HH-8 数显恒温水浴锅(江苏省金坛市环宇科学仪器厂,中国),BPG-9204A 电热式鼓风干燥箱(上海市百典仪器设备有限公司,中国),超声清洗机 PS-40A(广东省深圳市科洁超声科技有限公司,中国),电子天平 FA2004N(上海市菁海仪器有限公司,中国)。

1.2 药材与试剂

党参药材(采购于山西省晋城市陵川县六泉乡,药材经广东省惠州卫生职业技术学院中药教研室祁银德教授鉴定为桔梗科植物党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf. 的干燥根,其性状符合《中华人民共和国药典(2020 年版)》一部的规定,5-羟甲基糠醛对照品(GC≥98%,批号 20170519,上海市金穗生物科技有限公司,中国),甲醇(分析纯,广东省汕头市西陇科学股份有限公司,中国),乙腈(色谱纯,天津市科密欧化学试剂有限公司,中国)。

2 方法

2.1 熟党参样品的制备

取生党参饮片,置蒸制容器内,隔水蒸至有香甜味时取出,干燥,得到熟党参样品^[25]。

2.2 高效液相色谱法测定 5-羟甲基糠醛的含量

2.2.1 色谱条件

色谱柱:资生堂反相色谱柱 Capcell pak C18 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm),流动相: $V_{\text{乙腈}}:V_{\text{水}}=5:95$,流速:1.0 ml/min,检测波长:280 nm,柱温:常温 25 ℃。

2.2.2 5-羟甲基糠醛对照品溶液的制备

准确称取对照品 2.8 mg,精密吸取 100 mL 甲醇,溶解,摇匀,备用。

2.2.3 5-羟甲基糠醛标准曲线的绘制

按“2.2.1”项色谱条件,分别精密吸取对照品溶液 0.5、1、2、4、8、10 μL 注入 Agilent 1260 高效液相色谱

仪进样检测。以 5-羟甲基糠醛的进样量(x , mg)为横坐标,峰面积的积分值(y)为纵坐标进行回归,计算回归方程并绘制标准曲线。

2.3 单因素试验法

2.3.1 提取方法的优选

参考文献[26-28],5-羟甲基糠醛的提取方法主要有超声波提取法、加热回流提取法和浸渍法。以 5-羟甲基糠醛的含量为指标,对超声波提取法、加热回流提取法和冷浸法进行考察,优选提取方法。

超声波提取法:准确称取熟党参粉末(过二号筛)0.50 g,精密吸取甲醇 50.0 mL,准确称定重量,常温 25 ℃浸泡 0.5 h 后,超声 0.5 h,待冷却后,再次称定重量,用甲醇补足减失溶剂的重量,滤过。滤渣精密加入甲醇 50.0 mL,准确称定重量,常温 25 ℃浸泡 0.5 h 后,超声 0.5 h,待冷却后,再次称定重量,用甲醇补足减失溶剂的重量,滤过,合并 2 次滤液,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,取中间续滤液备用。

加热回流提取法:准确称取熟党参粉末(过二号筛)0.50 g,精密吸取甲醇 50.0 mL,准确称定重量,70 ℃条件下加热回流 0.5 h 后,待冷却,再次称定重量,用甲醇补足减失溶剂的重量,滤过,滤渣再精密加入甲醇 50.0 mL,准确称定重量,70 ℃条件下加热回流 0.5 h 后,待冷却,再次称定重量,用甲醇补足减失溶剂的重量,滤过,合并 2 次滤液,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,取中间续滤液备用。

浸渍法:准确称取熟党参粉末(过二号筛)0.50 g,精密吸取甲醇 100.0 mL,密塞,准确称定重量,常温 25 ℃浸泡 24 h 后,再次称定重量,用甲醇补足减失溶剂的重量,滤过,滤液用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,取中间续滤液备用。

不同提取方法 5-羟甲基糠醛含量的比较。取上述 3 种供试品提取液,按“2.1.1”项色谱条件,精密吸取 10 μL 注入 Agilent 1260 高效液相色谱仪测定,计算各样品中 5-羟甲基糠醛含量。

2.3.2 提取溶剂的优选

准确称取熟党参粉末(过二号筛)0.50 g,分别以甲醇、无水乙醇、水为提取溶剂,按照液固比 100:1(mL:g),常温 25 ℃超声波提取 2 次,每次提取时间为 0.5 h 进行试验。准确称定提取前后重量,用提取溶剂补足减失的

重量,滤过,合并2次滤液,用0.45 μm微孔滤膜滤过。取上述3种提取液的中间续滤液,按“2.1.1”项色谱条件,精密吸取10 μL注入AgiLent 1260高效液相色谱仪测定,计算不同提取溶剂中5-羟甲基糠醛含量。

2.4 多因素正交试验

参考文献[8-10],选择对5-羟甲基糠醛提取影响较大的3个因素,即液固比(A)、提取次数(B)及提取时间(C)作为考察对象,每个因素选择3个水平,以5-羟甲基糠醛的含量为指标,按3因素3水平设计 $L_9(3^4)$ 正交试验,各因素水平见表1。

表1 $L_9(3^4)$ 因素水平表

水平	因素		
	A(mL:g)	B/次	C/h
1	50:1	1	0.5
2	100:1	2	1
3	150:1	3	1.5

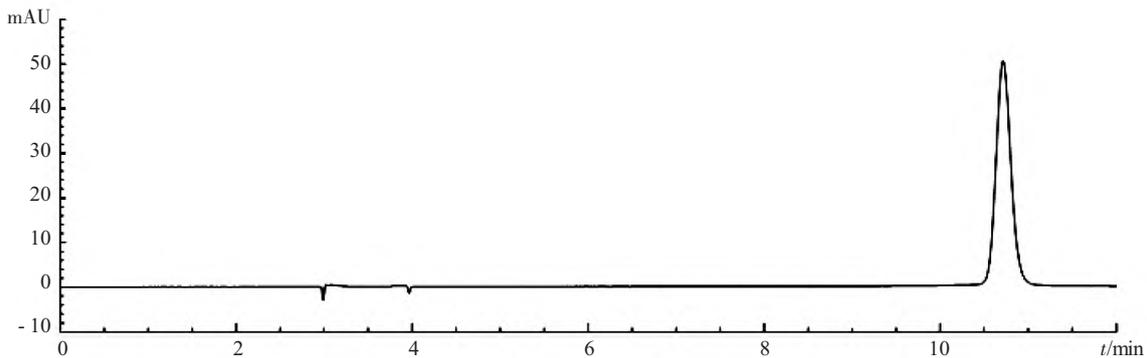


图1 5-羟甲基糠醛对照品高效液相色谱图

表2 不同提取方法5-羟甲基糠醛含量(n=3)

提取方法	含量/(mg·g ⁻¹)
超声波提取法	4.89
加热回流提取法	3.96
浸渍法	2.88

3.2.2 提取溶剂的确定

对比5-羟甲基糠醛标准曲线,根据回归方程计算各样品中5-羟甲基糠醛的含量。结果表明,采用甲醇作为提取溶剂,测得5-羟甲基糠醛含量最高,提取效果最好,因此选择甲醇作为5-羟甲基糠醛的提取溶剂。不同提取溶剂5-羟甲基糠醛含量见表3。

3.3 多因素正交试验

由表4可见,因素A(液固比)对5-羟甲基糠醛提取效果影响最大,以后依次为因素B(提取次数)、因素

3 结果

3.1 高效液相色谱法测定5-羟甲基糠醛的含量

5-羟甲基糠醛对照品的高效液相色谱图如图1所示。经计算得知,5-羟甲基糠醛的进样量(x , μg)和峰面积积分值(y)呈线性关系。其回归方程为 $y=5323.8x-6.6486$, $R^2=0.9999$,其中 x 为5-羟甲基糠醛进样量, y 为峰面积积分值, R 为相关因子。结果表明5-羟甲基糠醛进样量在0.014~0.28 μg,其进样量(x , μg)和峰面积积分值(y)呈良好线性关系。

3.2 单因素试验

3.2.1 提取方法的确定

对比5-羟甲基糠醛标准曲线,根据回归方程计算各样品中5-羟甲基糠醛的含量。结果表明采用超声波提取法,测得5-羟甲基糠醛含量最高,提取效果最好,且该方法简单方便,安全性高,因此选择超声波提取法作为5-羟甲基糠醛的提取方法。不同提取方法5-羟甲基糠醛含量见表2。

C(提取时间)。提取条件的最优组合为 $A_2B_1C_2$ 。但是考虑5-羟甲基糠醛自身性质,兼顾试验效率,选择提取工艺条件为 $A_2B_1C_1$,即液固比100:1(mL:g),提取1次,每次提取0.5 h。

表3 不同提取溶剂5-羟甲基糠醛含量(n=3)

提取溶剂	含量/(mg·g ⁻¹)
甲醇	4.89
无水乙醇	3.86
水	3.26

3.4 验证实验

取同一批次熟党参样品3份,根据上述所选工艺,即采用超声波提取法,以甲醇为提取溶剂,液固比100:1(mL:g),提取2次,每次0.5 h进行提取,提取液按“2.2.1”色谱条件,分别精密吸取10 μL注入Ag-

iLent 1260 高效液相色谱仪测定,测得 5-羟甲基糠醛含量分别为 4.92、4.98、4.86,平均值为 4.92,证实提取效果好,并且具有良好的重复性和较高的准确率,表明

所筛选的提取工艺条件基本稳定,可作为熟党参中 5-羟甲基糠醛的提取方法。熟党参样品中 5-羟甲基糠醛高效液相色谱图如图 2 所示。

表 4 正交试验结果与分析

编号	因素				含量/(mg·g ⁻¹)
	A	B	C	D(空白)	
1	1	1	1	1	4.78
2	1	2	2	2	4.75
3	1	3	3	3	4.65
4	2	1	2	3	4.90
5	2	2	3	1	4.88
6	2	3	1	2	4.82
7	3	1	3	2	4.90
8	3	2	1	3	4.84
9	3	3	2	1	4.80
k ₁	4.727	4.860	4.813	4.820	
k ₂	4.867	4.823	4.817	4.823	
k ₃	4.847	4.757	4.810	4.797	
R	0.140	0.103	0.007	0.026	

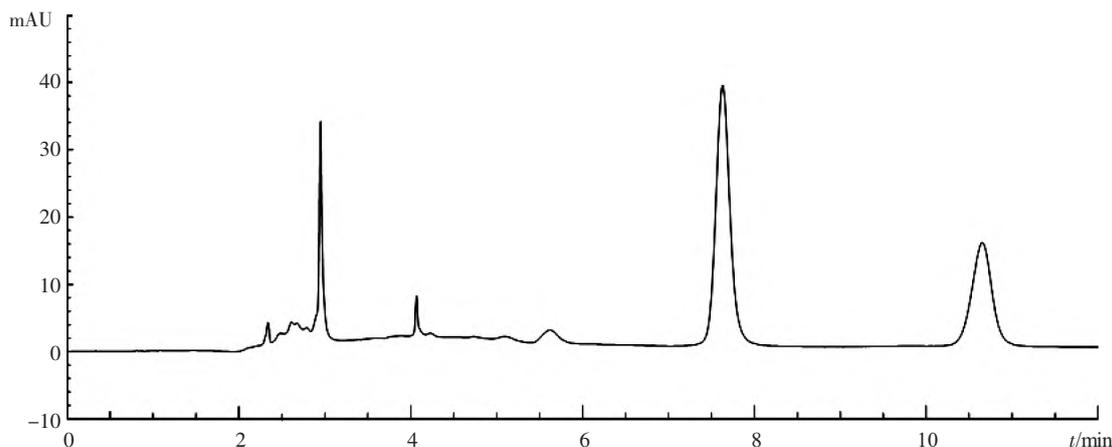


图 2 熟党参样品中 5-羟甲基糠醛高效液相色谱图

4 讨论

由于 5-羟甲基糠醛自身的光、热等稳定性差,需低温避光保存,同时 5-羟甲基糠醛在与空气接触的过程中,醛基不稳定,易被氧化,且其吸湿性极强,暴露在空气中 1 min 内即会吸水变成溶液。而 5-羟甲基糠醛的水溶液稳定性也很差,会进一步反应生成乙酰丙酸和甲酸,故 5-羟甲基糠醛提取温度不宜过高,时间不宜过长,提取次数不宜过多。

本实验通过单因素试验和多因素正交试验优选熟党参中 5-羟甲基糠醛的提取工艺,确定最佳提取工艺。即采用超声提取法,以甲醇为提取溶剂,液固比 100:1(mL:g),提取 1 次,每次 0.5 h,优选得到的 5-羟

甲基糠醛提取工艺简便易行,稳定性好,结果准确可靠,为后期熟党参中 5-羟甲基糠醛的进一步研究奠定基础。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(一部)[M].北京:中国医药科技出版社,2020:293-294.
- [2] 谢琦,程雪梅,胡芳弟,等.党参化学成分、药理作用及质量控制研究进展[J].上海中医药杂志,2020,54(8):94-104.
- [3] 边惠琴,武晓玉,夏鹏飞,等.党参的研究进展及质量标志物的预测分析[J].华西药学杂志,2022,37(3):337-344.
- [4] 任月,陈晓虎,张毅.党参中多糖和 5 种化学成分的相关性研

- 究[J].食品与药品 2022 24(3) 209-214.
- [5] MA X-Q LEUNG A K M, CHAN C L, et al. UHPLC UHD Q-TOF MS/MS analysis of the impact of sulfur fumigation on the chemical profile of Codonopsis Radix (Dangshen).[J]. The Analyst 2014 139(2) 505-516.
- [6] XIAN-L Z, QIANG F, SHUAI H, et al. Identification of a new flavone glycoside from Codonopsis nervosa[J]. Chemistry of Natural Compounds 2012 47(6) 888-890.
- [7] DAIGO W, NOBUO K, YUKIHIRO G. Two New Pyrrolidine Alkaloids, Codonopsinol C and Codonopiloside A, Isolated from Codonopsis pilosula [J]. Chemical and Pharmaceutical Bulletin 2013 61(12) 1315-1317.
- [8] TAO Z, LI-Z C, YONG-M Y, et al. Two New Triterpenoids from the Roots of Codonopsis pilosula[J]. Molecules 2018 23(2) 383.
- [9] KENJI M, MASAMICHI Y, OSAMU T, et al. Tangshenosides I and II from chuan-dangshen the root of Codonopsis tangshen Oliv. [J]. Chemical and Pharmaceutical Bulletin, 1988 36(7) 2726-2729.
- [10] JING R, ZHE L, ZHONG Y. Tangshenosides from Codonopsis lanceolata roots[J]. Phytochemistry Letters 2013 6(4) 567-569.
- [11] 吕立铭.党参清蒸品与传统炮制品指标性成分定量对比分析[D].汕头 汕头大学 2017.
- [12] 徐芳辉,胡志成,易欣宜,等.5-羟甲基糠醛在中药质量标准中的应用现状[J].中国医药导报 2017 14(15) 47-50.
- [13] 赵玲,周臣清,朱婉清.5-羟甲基糠醛的生物安全性和生物活性研究进展[J].食品工业科技 2016 37(11) 372-277.
- [14] 傅紫琴,王明艳,蔡宝昌.5-羟甲基糠醛(5-HMF)在中药中的研究现状探讨[J].中华中医药学刊 2008 26(3) 508-510.
- [15] 王宇,张玉兰.HPLC法测定党参中5-羟甲基糠醛的含量[J].西部中医药 2014(2) 31-33.
- [16] LI Y X, LI Y, QIAN Z J et al. In Vitro Antioxidant Activity of 5-HMF Isolated from Marine Red Alga Laurencia undulata in Free Radical Mediated Oxidative Systems [J]. J Microbiol Biotechn 2009 19(11) 1319-1327.
- [17] 赵玲,张兰,李雅莉,等.5-羟甲基糠醛对脑缺血再灌注模型小鼠学习记忆及脑部自由基的影响[J].中国药房 2007 18(13) 974-976.
- [18] 严永清,陈可冀,余伯阳,等.著名古方生脉散的基础研究[J].中国中西医结合杂志 2006 26(1) 94.
- [19] LIN A S, QIAN K, USAMI Y et al. 5-Hydroxymethyl-2-furfural a clinical trials agent for sickle cell anemia and its monody-glucosides from classically processed steamed Rehmanniae Radix[J]. J Nat Med 2008 62 164-167.
- [20] KUBO M, ASANO T, MATSUDA H et al. Studies on Rehmanniae radix. The relation between changes of constituents and improvable effects on hemorheology with the processing of roots of Rehmanniaglutinosa [J].Yakugaku Zasshi 1996 116(2) 158-168.
- [21] MATSUDA H, TSUKIOKA Y, MORIYAMA K et al. Studies on Rehmanniae Radix. V. 5-Hydroxymethyl-2-furaldehyde. Active Constituent of the Steamed Root of Rehmannia glutinosa Having Increasing Activity of Erythrocyte Deformability in Rats[J]. Nat Med 2004 58(1) 34-37.
- [22] LEE H S, NAGY S. Relative reactivities of sugars in the formation of 5-hydroxymethyl furfural in sugar-catalyst model systems[J]. J Food Process Pres 1990(14) 171-178.
- [23] CAO G, CAI H, CAI B et al. Effect of 5-hydroxymethylfurfural derived from processed Cornus officinalis on the prevention of high glucose-induced oxidative stress in human umbilical vein endothelial cells and its mechanism[J]. Food Chem 2013(140) 273-279.
- [24] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(二部)[M].北京:中国医药科技出版社 2020 1516.
- [25] 广东省卫生厅.广东省中药炮制规范[S].1984.
- [26] 雷鹏,刘韶,李新中,等.正交试验优选熟地黄提取工艺[J].中国医院药学杂志 2006 26(12) 1485-1487.
- [27] 曾令峰,沈建伟,王环,等.响应面法优化超声提取熟地黄中5-羟甲基糠醛的工艺[J].光谱实验室 2011 28(3) 1261-1266.
- [28] 王熙林,吴逸凡,黄胜堂,等.生脉散药效成分5-羟甲基糠醛提取工艺的研究[J].湖北科技学院学报(医学版) 2019 33(2) 93-95,109.