

田口试验设计法优化乳块消口服液微波提取工艺

黄良勤¹,周方勇^{2*},赵萍²,骆科回³

(1. 遵义医学院,贵州 遵义 563000; 2. 贵州三仁堂药业有限公司,贵州 遵义 563003;
3. 绥阳县人民医院,贵州 遵义 563302)

[摘要] 目的:采用田口试验设计法优选乳块消口服液微波提取工艺。方法:以橘叶有效成分橙皮苷为指标,以提取功率、提取时间、溶剂用量作为考察因素,采用 $L_9(3^4)$ 正交表设计试验,优化乳块消口服液药材提取工艺。结果:乳块消口服液药材最佳微波提取工艺为微波提取功率6 000 W,提取时间45 min,加水量6倍量,其指标成分橙皮苷与传统水煮提取工艺相比提高了80%,并且缩短了提取时间,加水量仅为原来的27.3%。结论:优选工艺节约了药材提取、浓缩工序能源消耗和时间。

[关键词] 乳块消;田口试验;微波提取;正交设计

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)24-0007-03

Optimization of Microwave Extraction Technology for Rukuaixiao Oral Liquid by Taguchi Experimental Design Method

HUANG Liang-qin¹, ZHOU Fang-yong^{2*}, ZHAO Ping², LUO Ke-hui³

(1. Zunyi Medical College, Zunyi 563000, China; 2. Guizhou Sanrentang Pharmaceutical Co. Ltd., Zunyi 563003, China; 3. Suiyang County People's Hospital, Suiyang 563302, China)

[Abstract] **Objective:** Taguchi experimental design method was used to optimize of microwave extraction process for Rukuaixiao oral liquid. **Method:** $L_9(3^4)$ orthogonal test was used to optimize extraction process of medicine from Rukuaixiao oral liquid with active ingredient in orange (hesperidin) as index. Investigation factors included extraction power, extraction time, the amount of solvent. **Result:** The best microwave extraction technology was as follows: microwave extraction power was 6 000 W, extracted 45 minutes with 6 times the amount of water, compared with traditional boiled extraction, extract ratio of hesperidin increased 80%, and extraction time was shorten, the amount of water was only 27.3% to original technology. **Conclusion:** Optimum technology saved energy and time of medicine extraction and concentration process.

[Key words] Rukuaixiao; taguchi test; microwave extraction; orthogonal test

乳块消口服液是贵州三仁堂药业有限公司独家研制开发的一种治疗乳腺增生、乳房肿块、乳房胀痛等乳腺疾病的中药制剂。原传统工艺中橘叶,丹参,皂角刺,川楝子4味药材采用水煎煮法,存在提

取时间长(沸腾2 h)、能耗高的缺点。为此,本实验以橘叶的有效成分橙皮苷和浸出物的含量为指标,用 Minitab15 软件中田口法进行正交试验设计对乳块消口服液的微波提取工艺进行优化,并与传统提取法进行比较,微波提取具有提取速度快、能耗低、选择性好等特点。

1 材料

LC-10Atvp 型高效液相色谱仪(日本岛津), AUW120D 型 1/10 万电子天平(日本岛津), WBZ-12 型微波干燥机(贵阳新奇微波工业有限责任公司), 乳块消药材橘叶、丹参、川楝子、皂角刺由贵州三仁

[收稿日期] 20110831(008)

[基金项目] 2011 年度科技型中小企业技术创新基金(11C26115203625)

[第一作者] 黄良勤, 硕士, 副教授, 从事药品生产及研发, Tel:0852-8631168, E-mail:17117@163.com

[通讯作者] *周方勇, 工程师, 从事药品生产及研发, Tel: 0852-8672766, E-mail: zfyzy178@163.com

堂药业有限公司提供,经遵义市药品检验所罗秀琼主任药师鉴定合格。橙皮苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110721-200512),试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 橙皮苷含量测定 借鉴乳块消口服液质量标准^[1]中含量测定方法。

对照品溶液的制备 精密称取橙皮苷对照品,加甲醇制成质量浓度 $80 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 5 mL,蒸至近干,残渣加甲醇微热溶解,移入 25 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,放置 30 min, $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤,取续滤液,即得。

含量测定 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,流动相甲醇- $0.025 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 磷酸溶液 (37:63),检测波长 284 nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 5 000。分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 $10 \mu\text{L}$,注入高效液相色谱仪,测定,即得。

2.2 药材提取

2.2.1 传统工艺提取 取橘叶 412.5 g,丹参 412.5 g,川楝子 275 g,皂角刺 275 g,加 12,10 倍水量煎煮 2 次,每次 1 h,合并煎液,滤过,浓缩至 1 000 mL,备用;按 2.1 项下方法测定,橙皮苷质量浓度为 $0.3902 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$,橙皮苷提取率为 0.095% (橙皮苷/橘叶)。

2.2.2 微波提取 取橘叶、丹参各 0.9 kg,川楝子、皂角刺各 0.6 kg,加水适量浸泡 30 min 后提取,取滤液,浓缩至约 2 kg,称定浓缩液质量,分别按 2.1 项下测定橙皮苷提取总含量。

2.3 田口试验设计 拟优选乳块消口服液水煎煮药物微波提取工艺,采用正交试验方法考察微波功率、提取时间、溶剂用量 3 个因素,对乳块消口服液水提药材微波提取工艺的影响。以橘叶中橙皮苷提取总量为考察指标,利用 Minitab15 软件中田口试验设计的正交试验设计模块优选中药提取工艺的方法。选用 $L_9(3^4)$ 正交表设计试验,因素水平见表 1。

表 1 乳块消口服液微波提取工艺因素水平

水平	A 提取功率 /W	B 提取时间 /min	C 溶剂用量 /倍
1	4 000	30	6
2	6 000	45	8
3	8 000	60	10

在 Minitab 软件中选择分析田口设计模块,得均数响应值(表 2),由结果直观分析可知,以橙皮苷提取量为指标,各因素作用的主次为 $A > B > C$ 。

表 2 乳块消口服液微波提取工艺正交试验安排及结果

No.	A	B	C	橙皮苷提取量 /mg
1	1	1	1	894
2	1	2	2	862
3	1	3	3	957
4	2	1	2	1 368
5	2	2	3	1 452
6	2	3	1	1 593
7	3	1	3	1 021
8	3	2	1	1 359
9	3	3	2	1 220
K_1	904.3	1 094.3	1 282.0	
K_2	1 471.0	1 224.3	1 150.0	
K_3	1 200.0	1 256.7	1 143.3	
R	566.7	162.3	138.7	

表 3 橙皮苷提取总量方差分析

方差来源	f	SS	MS	F	P
A	2	481 971	240 985	66.44	0.015
B	2	44 298	22 149	6.11	0.141
C	2	36 697	18 348	5.06	0.165
误差	2	7 254			

由表 3 可见,A 因素对橙皮苷提取量存在显著性差异,因素 B、C 无显著性差异,最后确定提取工艺为 $A_2B_3C_1$,从经济适用性、药材含水量、微波穿透性方面综合考虑,确定 $A_2B_2C_1$ 为优选工艺,即微波提取功率为 6 000 W,提取时间 45 min,加水量 6 倍量。

2.4 验证试验 优选的 $A_2B_2C_1$ 工艺,通过 Minitab 软件中田口模块中预测功能对其试验结果进行预测,优选工艺对橙皮苷提取量预测均数为 1 593.76 mg,取 2.2.2 中处方量药材,按表 4 工艺进行提取试验对比,结果见表 4。

表 4 乳块消口服液微波提取工艺预测结果的验证

提取方法	橙皮苷提取量 /mg	橙皮苷提取率/% (橙皮苷/橘叶)	提取时间 /min
$A_2B_2C_1$	1 537.8	0.171	45
$A_2B_3C_1$	1 593	0.177	60
传统水提法	836.2	0.092 91	120

由结果可知,优选工艺提取结果与预测结果相

一测多评法优选黄连最佳提取工艺

汪坤,张振凌*,贾秀梅
(河南中医学院,郑州 450008)

[摘要] 目的:优选黄连的最佳提取工艺。方法:应用一测多评法测定黄连中表小檗碱、黄连碱、巴马汀、小檗碱的含量,通过正交试验设计,以黄连中表小檗碱、黄连碱、巴马汀及小檗碱含量之和为指标优选黄连最佳提取工艺。结果:最佳工艺条件为 10 倍量 70% 乙醇提取 3 次,每次 1.5 h。结论:该提取工艺可以有效提取黄连中小檗碱等多种生物碱。

[关键词] 一测多评法;黄连;提取工艺;高效液相色谱法;生物碱

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)24-0009-03

Optimization of Extraction Technology of *Coptis chinensis* with Multi-components Quantitation by One Marker

WANG Kun, ZHANG Zhen-ling*, JIA Xiu-mei
(Henan University of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450008, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize extraction technology of *Coptis chinensis*. **Method:** Determined the content of epiberberine, coptisine, berberine and palmatine with multi-components quantitation by one marker, orthogonal design was used to optimize extraction technology of *C. chinensis* with total content of epiberberine, coptisine, berberine and palmatine. **Result:** The best extracting condition was as follows: extracted 3 times with 10 times the amount of 70% ethanol for 1.5 h each time. **Conclusion:** Optimum extraction technology was effective for extracting

[收稿日期] 20110724(007)

[基金项目] 中医药行业科研专项(201007010)

[第一作者] 汪坤,在读研究生,从事中药饮片与新药研究, Tel:13592533250, E-mail:china33333wang@126.com

[通讯作者] *张振凌,教授,从事中药炮制学教学与研究, Tel:0371-65680970, E-mail:zhangz6758@163.com

差不多,微波工艺提取率均优于传统提取法,且具有时间短、工序简单、溶剂消耗量小、节省提取和浓缩能耗等优点, $A_2B_2C_1$ 与 $A_2B_3C_1$ 相比较,提取时间更短,更适于工业化生产,最终确定工艺为 $A_2B_2C_1$ 。

3 结论

微波技术应用于中药提取具有穿透力强、选择性高等显著特点,但应用于工业化提取的设备应用尚不广泛,其应用也仅局限于以水为提取溶媒的提取工艺,用于有机溶剂提取的安全性还有待研究。本研究采用 Minitab15 软件进行实验设计,采用中药提取工艺研究正交试验中较为常见的 $L_9(3^4)$, 其方差分析时误差变异来源于空列,与 SAS, SPSS 等常

用统计软件相比,具有兼容性好,结果导入导出方便、简单易懂、结果可靠等优点,大大减少了数据处理计算量^[3]。

[参考文献]

- [1] 国家食品药品监督管理局注册. 乳块消质量标准[S]. 标准编号 YBZ08402008.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2010:附录 36.
- [3] 邴韶妮,彭杰,向毅,等. 田口试验设计的改进及其应用研究[J]. 电子工艺技术,2010,31(1):20.
- [4] 施月芹,练富林,胡育筑. 田口方法及其在药学相关领域的应用[J]. 药学进展,2008,32(8):363.

[责任编辑 全燕]