

# 银仙通肺宝颗粒中岩白菜素的提取工艺优选

姚雪莲<sup>1\*</sup>, 苏明武<sup>2</sup>

(1. 江西中医学院, 南昌 330006; 2. 湖北中医药大学, 武汉 430061)

**[摘要]** 目的: 考察银仙通肺宝颗粒中岩白菜素的最佳提取工艺。方法: 通过正交试验, 以岩白菜素的含量为指标, 考察乙醇体积分数、乙醇用量、渗漉液的流速对提取效果的影响。结果: 银仙通肺宝颗粒中岩白菜素的最佳提取工艺为加 60% 乙醇渗漉, 收集 10 倍量渗漉液, 渗漉流速为  $5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。结论: 该提取工艺科学、合理、可行。

**[关键词]** 岩白菜素; 高效液相色谱法; 提取工艺; 正交设计

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)19-0029-03

## Extraction Technology of Bergenin from Yinxian Tongfeibao Granules

YAO Xue-lian<sup>1\*</sup>, SU Ming-wu<sup>2</sup>

(1. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 310006, China;  
2. Hubei University of Chinese Medicine, Wuhan 430061, China)

**[Abstract]** **Objective:** To investigate the optimum extraction technology of bergenin from Yinxian Tongfeibao granules. **Method:** The optimum extraction process was investigated by  $L_9(3^4)$  orthogonal design with the content of bergenin as index. The chief factors were ethanol concentration, the amount of ethanol, flow rate of percolation fluid which influencing extraction efficiency. **Result:** The optimum extraction technology was as follows: percolated with 60% ethanol, collected 10 times (to raw material) percolation fluid, flow rate of percolation was  $5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1}$ . **Conclusion:** The optimum extraction technology is scientific, reasonable and feasible.

**[Key words]** bergenin; HPLC; extraction process; orthogonal design

银仙通肺宝颗粒主要由银杏叶、紫金牛、淫羊藿、黄芪等药组成的复方制剂, 是一个临床疗效显著的民间验方。具有扶正祛邪、清肺化痰、止咳平喘的功效, 方中君药紫金牛主要有效成分为岩白菜素, 具有镇咳、祛痰、平喘、抗菌、抗病毒等药理作用。本试验通过正交试验确定其最佳提取工艺。

### 1 材料

Agilent 1100 高效液相色谱仪, Zorbax Eclipse XDB-C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 1/10 万电子分析天平 (Mettler), 岩白菜素对照品均购自中

国药品生物制品检定所 (批号 0678-2000016)。

### 2 正交设计

方中紫金牛、黄芪等药材均含不溶于水的有效成分, 拟采用乙醇渗漉工艺。影响较大的因素可能有乙醇体积分数、乙醇用量、渗漉液的流速等, 选用  $L_9(3^4)$  进行正交试验。因素水平见表 1。

表 1 岩白菜素乙醇渗漉因素水平

水平	A 乙醇体积 分数/%	B 乙醇用量 /倍	C 渗漉液流速 / $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1}$
1	80	10	7
2	70	8	5
3	60	6	2

**[收稿日期]** 20110612(003)

**[通讯作者]** \*姚雪莲, 硕士, 从事中药质量分析研究, Tel: 0791-7118916, E-mail: xuelianyao@163.com

分别以相应体积分数的乙醇湿润后, 置渗漉筒中加入适量乙醇, 分别编号, 浸泡过夜, 调整渗漉速

度,收集渗漉液,直至渗漉完毕,将收集的渗漉液分别回收乙醇,残留物分别全量转移至 80 ℃减压干燥至恒重的蒸发皿中,于水浴中挥去残留乙醇,置真空干燥箱中,于 80 ℃减压干燥至恒重,以总干膏中岩白菜素的含量(mg)为考查指标,结果见表 2,3。

表 2 岩白菜素乙醇渗漉正交试验安排

No.	A	B	C	D	岩白菜素 总量/mg
1	1	1	1	1	255.37
2	1	2	2	2	265.95
3	1	3	3	3	282.89
4	2	1	3	2	327.58
5	2	2	1	3	307.51
6	2	3	2	1	273.78
7	3	1	2	3	359.18
8	3	2	3	1	325.81
9	3	3	1	2	354.14
$K_1$	804.217 6	942.131 8	854.956 9	917.021 7	
$K_2$	908.865 5	899.273 7	947.673 2	898.910 1	
$K_3$	1039.130 7	910.808 3	949.583 7	936.282 0	
R	234.913 1	42.858 1	94.626 7	37.371 9	

表 3 岩白菜素乙醇渗漉正交试验方差分析

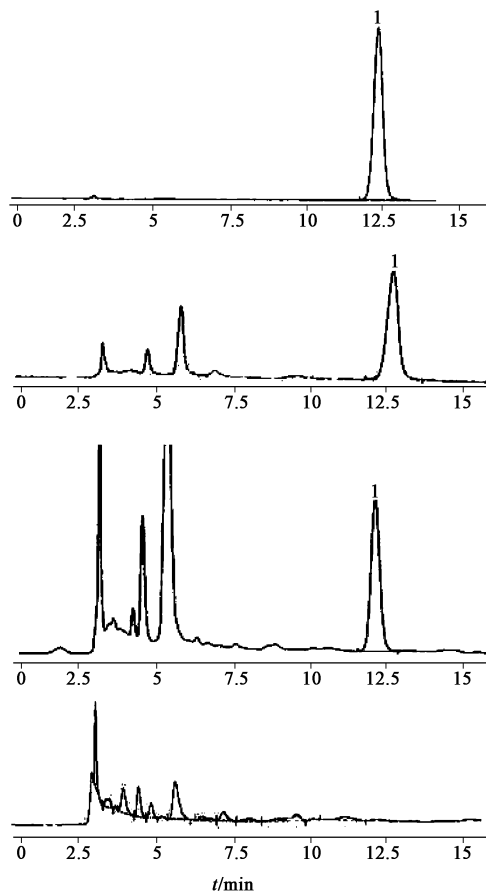
方差来源	SS	f	MS	F	P
A	9 233.818	2	4 616.909	39.655 6	<0.05
B	327.891 4	2	163.945 7	1.408 2	>0.05
C	1 950.463 2	2	975.231 6	8.375 6	>0.05
D(空白)	232.850 1	2	116.425 0		

注:  $F_{0.05}(2,2) = 19.00$ ;  $F_{0.01}(2,2) = 99.00$ 。

从表 2,3 结果可知,3 个因素中对总干膏中岩白菜素总量的影响大小依次为  $A > C > B$ , 仅 A 因素有显著影响。选定 A, B 2 因素的水平为  $A_3, B_1$ , 对于 C 因素, 在给定的水平条件下, 无显著影响, 虽然  $C_3$  优于  $C_2$ , 但相差不大, 故从省时节能、降低成本的角度考虑, 拟选 C 因素的水平为  $C_2$ 。因此, 从实际出发, 综合分析, 选择的最佳提取工艺为  $A_3B_1C_2$ 。即紫金牛等药材, 以乙醇 60% 渗漉, 收集 10 倍量渗漉液, 渗漉液速度为  $5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

**2.2 色谱条件** Zorbax Eclipse XDB-C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相甲醇-水-冰醋酸 (18:81:1), 检测波长 275 nm, 流速  $0.8 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ,

柱温 30 ℃, 见图 1。



A. 对照品; B. 药材; C. 样品; D. 阴性; 1. 岩白菜素

图 1 岩白菜素 HPLC

### 2.3 测试溶液的制备

**2.3.1 对照品溶液的制备** 精密称取经五氧化二磷减压干燥器中干燥 48 h 的岩白菜素对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 0.27 mg 的对照品溶液。

**2.3.2 药材溶液的制备** 取紫金牛药材约 1 g, 置具塞锥形瓶中, 加 70% 甲醇溶液 25 mL, 轻轻振摇, 称定质量, 超声处理 50 min, 再称定质量, 用 70% 甲醇溶液补足减失的质量, 充分振摇, 滤过, 取续滤液, 即得。

**2.3.3 样品溶液的制备** 取药材提取后的干膏适量, 精密称定, 照 2.3.2 药材制备方法制备, 即得。

**2.4 标准曲线的制备** 用微量进样器分别取已配好的对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 μL 注入高效液相色谱仪, 测定峰面积, 根据进样量和测得的峰面积计算标准曲线。经计算得回归方程  $Y = 1 820.67X + 17.6$  ( $r = 0.999 9$ ), 结果表明岩白菜素在 0.43 ~ 2.15 μg 线性关系良好。

## 乳安凝胶膏剂的提取工艺

常星洁<sup>1</sup>, 刘志辉<sup>2</sup>, 刘汉清<sup>1\*</sup>, 傅静娟<sup>2</sup>

(1. 南京中医药大学, 南京 210046; 2. 南京中医药大学一附院, 南京 210036)

**[摘要]** **目的:** 优选乳安凝胶膏剂的提取工艺。**方法:** 以淫羊藿苷和淫羊藿总黄酮、延胡索乙素含量为指标, 采用正交试验进行工艺优选。**结果:** 淫羊藿提取工艺为以 15 倍量水提取 3 次, 每次 1 h。淫羊藿苷和总黄酮的转移率分别为 62.64%、83.83%。延胡索提取工艺为以 10 倍量 50% 乙醇回流提取 3 次, 每次 1.5 h。延胡索乙素的转移率为 93.27%。**结论:** 该提取工艺节约能源、稳定可行。

**[关键词]** 乳安凝胶膏剂; 淫羊藿苷; 延胡索乙素; 提取工艺

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)19-0031-04

## Extraction Process of Ru'an Gel Cream

CHANG Xing-jie<sup>1</sup>, LIU Zhi-hui<sup>2</sup>, LIU Han-qing<sup>1\*</sup>, FU Jing-juan<sup>2</sup>

(1. Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210046, China;

2. The First Affiliated Hospital, Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210036, China)

**[Abstract]** **Objective:** To optimize the extraction process of Ru'an gel cream. **Method:** The optimum extraction process was selected by orthogonal test. The content of icariin, total flavones from Epimedh Folium and tetrahydropalmatine as indexes. **Result:** Extraction process of Epimedh Folium was as follows: reflux extract 3 times with 15 times of water, 1 h per time. Extraction process of Corydalis Rhizoma was as follows: reflux extract 3 times

**[收稿日期]** 20110115(004)

**[第一作者]** 常星洁, 硕士研究生, 从事药剂学研究, E-mail: lily\_chang@foxmail.com

**[通讯作者]** \* 刘汉清, 博士生导师, 从事中药新剂型新制剂研究, Tel: 025-85811517, E-mail: hqliu636@yahoo.com.cn

**2.5 稳定性试验** 取供试品溶液, 在室温下放置, 分别于 0, 2, 4, 6, 8 h 测定。结果表明, 岩白菜素在 8 h 内基本稳定, 记录各峰面积, RSD 0.86%。

**2.6 精密度试验** 取岩白菜素对照品溶液, 按上述色谱条件, 重复进样 5 次, 测定峰面积并计算其相对 RSD 0.54%。

**2.7 回收率试验** 采用加样回收法, 取适量样品, 加入岩白菜素对照品适量, 按上述色谱条件测定。结果平均回收率为 98.13%, RSD 2.66%。

**2.9 验证试验** 按最佳工艺验证 3 批, 所得药液同前法处理, 测定总干膏中岩白菜素的含量分别为 321.67, 316.39, 317.88 mg。其干浸膏中总岩白菜素的含量基本稳定, 说明工艺较稳定。

### 3 讨论

根据处方中药物成分的性质和文献资料对方药物的现代药理学研究, 结合临床用药要求, 采用  $L_9(3^4)$  正交设计筛选出最佳工艺。研究结果表明该提取工艺科学、合理、可行。另外 2010 年版《中国药典》采用紫外-可见分光光度计法测定岩白菜素的含量, 考虑到复方制剂各成分的干扰, 本文选择了专属性更强的高效液相色谱法。

### [参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2010:184.
- [2] 苏明武, 柳俊, 姚雪莲, 等. 效液相色谱法测定银仙通肺宝颗粒中岩白菜素的含量[J]. 药学实践杂志, 2008, 26(1):51.

[责任编辑 全燕]