

复方儿茶止泻方微波提取工艺的研究

毛莹, 赵新峰, 石雪, 高明*
(大连大学医学院, 辽宁 大连 116622)

[摘要] 目的:研究复方儿茶止泻方的最佳微波提取工艺。方法:以儿茶素含量为检测指标,利用微波技术采用正交实验法研究复方儿茶止泻方的最佳提取工艺。结果:复方儿茶止泻方的最佳工艺条件为微波提取时间 20 min,功率 480 W,料液比为 1:7(g·mL⁻¹)。结论:微波提取法可缩短复方中药制剂的生产周期,提高生产效率,节约能源,具有较大的应用价值。

[关键词] 微波提取法;复方儿茶止泻方;儿茶素;正交实验

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)09-0051-03

Study on Microwave Extraction Technique for Complex Prescription of Catechu Anti-diarrhea Preparation

MAO Ying, ZHAO Xin-feng, SHI Xue, GAO Ming*
(Medical College, Dalian University, Dalian 116622, China)

[Abstract] **Objective:** To study the best microwave extraction technique for complex prescription of catechu anti-diarrhea preparation. **Method:** Conditions for the microwave extraction were studied by orthogonal experimental design with the content of catechin in the extract as indexes. **Result:** The best technological conditions of the microwave extraction were using 20 min, 480 W firepower and the ratio of material to liquid was 1:7. **Conclusion:** Microwave extraction technique has much value of application by shorten the cycle of produce of complex prescription of Chinese drugs pharmaceuticals, and it can be used to elevate the efficiency of production and save resources.

[Key words] microwave extraction technique; complex prescription of catechu anti-diarrhea preparation; catechin; orthogonal experimental

复方儿茶止泻方是由儿茶、黄柏、木香、五倍子 4 味中药组成的临床验方,应用 10 余年。具有清热燥湿、收敛止泻的功能,适用于湿热型腹泻,具有快速止泻的良好治疗效果^[1]。该方剂的原提取工艺为水煎煮法,提取效率较低,杂质较多。微波技术作为一种新兴的提取技术,近年来在提取天然

植物(特别是中草药)有效成分中得到广泛应用^[2],本实验首次以儿茶素含量为测量指标,对复方儿茶止泻方的微波提取工艺进行研究,从而优选出最佳微波提取工艺,为其更好的应用于临床打下基础。

1 材料

1.1 试药 儿茶、黄柏、五倍子、木香药材,分别购自云南、东北、四川,经大连大学中医药研究所高松副教授鉴定为正品;甲醇、乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯;儿茶素对照品(批号 877-200001)购自中国药品生物制品检定所,水为重蒸馏水。

1.2 仪器 L-2130 送液泵、UV-detector L-2400 检测器(日本日立),Hypersil GOLD ODS(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),N-2000 色谱数据工作站。

[收稿日期] 2010-11-23

[基金项目] 国家自然科学基金(81073011);大连市科技计划(2008E11SF171)

[第一作者] 毛莹,讲师,硕士,研究方向:中药鉴定与品质评价研究,Tel:15040557157,E-mail:maoyingying2004@sina.com

[通讯作者] *高明,教授,研究方向:中药新制剂开发,Tel:15566849353,E-mail:gm056@163.com

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[3] 流动相 乙腈-0.2% 磷酸(8:92),流速 1 mL·min⁻¹,检测波长 280 nm,柱温 35 ℃,理论塔板数按儿茶素峰计算不低于 5 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取儿茶素对照品 3.6 mg,用甲醇溶解,超声处理 5 min,定容至 25 mL 量瓶中,制得 1 mL 中含有 0.144 mg 儿茶素溶液。置于冰箱(4 ℃)中待用。

2.3 标准曲线的制备 精密吸取儿茶素对照品溶液 1,5,10,15,20 μL,依次进样($n=3$),以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标做回归分析,得回归方程 $Y=275\ 111X-18\ 109$ ($R^2=0.999\ 4$)。儿茶素在 0.144~2.88 μg 呈良好的线性关系。

2.4 微波法提取 称取儿茶 36.25 g 浸泡 24 h,再与黄柏 7.25 g,五倍子 7.25 g 和 7.25 g 提取挥发油后的木香药渣,一同放入烧杯中浸泡 30 min,按正交试验设计(见表 1)进行微波提取,分别将提取液过滤浓缩至 23.2 mL(相当于生药量 2.5 g·mL⁻¹)成流浸膏。

表 1 微波提取因素水平

水平	A 微波时间 /min	B 微波功率 /W	C 料液比 /g·mL ⁻¹
1	10	800	1:3
2	15	480	1:5
3	20	160	1:7

2.5 供试品溶液的制备 将提取得到的流浸膏 23.2 mL,加甲醇超声溶解,并定容于 250 mL 的量瓶中。精密吸取 2 mL 定容于 50 mL 量瓶中。用 0.45 μm 微孔滤头滤过,取续滤液待用。

2.6 精密度试验 在规定色谱条件下,精密吸取同一供试品溶液 10 μL($n=6$)注入高效液相色谱仪,测得 RSD 0.82%。表明仪器的精密度良好。

2.7 稳定性试验 在规定色谱条件下,将同一供试品溶液分别于室温下放置 0,4,6,24 h 后,精密吸取 10 μL 注入高效液相色谱仪,测得 RSD 1.76%。表明供试品溶液在 24 h 内基本稳定。

2.8 重复性试验 平行制备供试品溶液 6 份,在规定色谱条件下,精密吸取 10 μL 注入高效液相色谱仪,测得 RSD 0.28%。表明儿茶素含量测定方法重复性良好。

2.9 样品回收率试验 取已知含量供试品,分别加入一定量儿茶素对照品,按上述色谱条件测定,计算

回收率。儿茶素平均回收率为 98.3%,RSD 0.79%(结果见表 2)。

表 2 儿茶素加样回收率试验

No.	样品中 含量 /mg	加入量 /mg	实测量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	15.121	15.02	30.703	98.17	98.3	0.79
2	15.023	15.02	30.535	98.39		
3	15.012	15.02	30.564	98.26		
4	14.998	15.02	30.463	98.54		
5	14.996	15.02	30.494	98.43		
6	15.133	15.02	30.765	98.01		

2.10 正交试验结果 精密吸取供试品溶液 10 μL($n=3$),按上述色谱条件,依次进样测定含量(表 3)。

表 3 微波提取正交试验

No.	A	B	C	儿茶素 /%
1	1	1	1	0.702 6
2	1	2	2	1.182 3
3	1	3	3	1.212 3
4	2	1	2	0.984 3
5	2	2	3	1.469 3
6	2	3	1	0.809 4
7	3	1	3	1.042 2
8	3	2	1	0.891 7
9	3	3	2	1.376 4
K_1	1.032 4	0.909 7	0.801 2	
K_2	1.087 7	1.181 1	1.181 0	
K_3	1.103 4	1.132 7	1.241 3	
R	0.071 0	0.223 0	0.440 1	

2.11 方差分析 将正交试验结果(表 3)用 SPSS 软件进行方差分析(表 4),可以看出,影响因素大小为 C(料液比) > B(微波功率) > A(微波时间),以儿茶素质量分数为指标得出的最佳微波提取工艺为 $A_3B_2C_3$,即提取时间为 20 min,微波功率为 480 W,料液比为 1:7,儿茶素质量分数为 1.534 3%。

2.12 提取方法的对比 煎煮法:称取儿茶 36.25 g 浸泡 24 h,再与 7.25 g 黄柏,7.25 g 五倍子和 7.25 g 提取挥发油后的木香药渣,放入锅中浸泡 30 min,加入 10 倍量水,煎煮 3 次,每次 2 h,将提取液过滤浓

表4 方差分析

因素	SS	f	MS	F	P
A	0.008 4	2	0.004 2	1.615 4	>0.05
B	0.126 0	2	0.063 0	24.230 8	<0.05
C	0.341 4	2	0.170 7	65.653 8	<0.05
误差	0.052 9	2	0.002 6		

注: $F_{0.05}(2,2) = 3.19$ 。

缩至 23.2 mL(相当于生药量 $2.5 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$)成流浸膏,按 2.5 项下方法进行制备后,测定含量,儿茶素含量为 1.002 4%。

微波法:处方量同煎煮法,提取时间为 20 min,微波功率为 480 W,料液比 1:7,含量测定结果为 1.534 3%,可见优化的微波法提取的儿茶素含量明显高于水煎法。

3 讨论

复方儿茶止泻方在临床应用方面,具有简、便、廉、验的优点。本实验利用微波提取技术,采用正交试验法,以儿茶素含量为指标,确定了复方儿茶止泻

方的最佳微波提取工艺,与传统工艺煎煮法相比,本研究工艺不仅可以最大程度的提取有效成分、提高生产效率,更有利于该制剂的深入研究开发,为与企业、科研机构的技术合作提供可靠的参考数据。

此外,本试验仅以复方儿茶止泻方剂中君药儿茶中的儿茶素的含量为指标筛选最佳微波提取工艺。由于处方中还有表儿茶素,没食子酸,盐酸小檗碱等有效成分均具有止泻作用,因此该制剂的提取工艺对于相关药效成分的影响还有待于进一步研究。

[参考文献]

- [1] 谢世荣,高明,韩再虹,等.复方儿茶水提液的抗腹泻和抗炎效应[J].中国临床康复,2006,10(35):69.
- [2] 曾超珍,刘志祥.微波提取杜仲总黄酮的工艺研究[J].时珍国医国药,2009,20(5):1170.
- [3] 李东霞,高明,韩再虹,等.儿茶止泻霜质量标准研究[J].中国药房,2007,18(9):689.

[责任编辑 全燕]

《中国中药杂志》2011 年征订启事

《中国中药杂志》系中国科协主管,中国药学会主办,中国中医科学院中药研究所承办的综合性中药学术期刊。创刊于 1955 年 7 月,是创刊最早、发行量最大的中药学术刊物。《中国中药杂志》全面反映我国中医药最高学术水平,主要报道该领域新成果、新技术、新方法与新思路,内容包括栽培、资源与鉴定、炮制、药剂、化学、药理、不良反应、临床等。设有专论、综述、研究论文、研究报告、临床、学术探讨、药事管理、经验交流、信息等栏目。主要读者对象为医药领域各级管理部门、科研院所、大专院校、企业以及医院等从事医药科研、管理、生产、医院制剂及临床研究等方面的专业人员。

《中国中药杂志》现为半月刊,128 页,2011 年定价每期 30 元,全年 24 期定价为 720 元。国内刊号 11-2272/R,国际刊号 1101-5302。

本刊现已全面实现网络编辑办公,如欲投稿或联系本刊、获取本刊各种信息动态请登录中国中药杂志网站 www.cjcm.com.cn 或 www.中国中药杂志.com。

联系电话:稿件查询 010-64045830 转 602;主任电话 010-64058556;资源与栽培栏编辑:010-64048925;制剂栏编辑:010-64040392;化学栏编辑:010-64040113;药理栏编辑:010-84022522;临床栏编辑:010-64059766;电子杂志制作发行及网上维护:010-64030625。