

活血注射液中赤芍提取工艺的研究

赵慧萍*, 马 昆

(天津中医药大学第一附属医院制剂室, 天津 300193)

[摘要] 目的: 活血注射液提取工艺的研究。方法: 以芍药苷含量为指标, 通过正交实验确定最佳水提醇沉方案。结果: 确定水提取工艺为提取 2 次, 每次加 12 倍水, 煎煮 1.5 小时; 醇沉工艺为醇沉浓度分别为 65%, 75% 两次醇沉, 调节 pH 为 8, 冷藏 24h, 浓缩至 1:2。

[关键词] 芍药苷; 水提取; 醇沉

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2006)08-0005-02

活血注射液是我院药厂承担的天津市科委重点科技攻关项目(项目编号 013108711), 课题研究宗旨是在临床疗效确切的胶囊剂基础上进行的二次开发, 即将治疗缺血性脑血管病恢复期的中药胶囊剂开发为治疗急性期脑血管病的中药注射剂新药, 使其充分发挥起效迅速、生物利用度高的特点, 用于治疗缺血性脑血管病。

1 材料

1.1 仪器 BECKMAN 高效液相色谱仪

1.2 试药 芍药苷对照品(中国药品生物鉴定所, 含量测定用)

1.3 试剂 所用试剂均为分析纯

2 实验方法与结果

2.1 水提取工艺研究

2.1.1 正交实验设计 以加水量, 提取次数, 提取时间为因素采用三因素三水平正交设计表确定最终提取工艺。见表 1。

2.1.2 含量测定方法 供试品溶液的制备: 精密吸取按 2.1.1 提取的样品 2mL, 加纯化水 20mL, 用水饱和和正丁醇提取 7 次, 每次 20mL, 合并正丁醇液, 蒸

[收稿日期] 2005-07-20

[基金项目] 天津市科委重点科技攻关项目(No. 013108711)

[通讯作者] 赵慧萍, Tel: (022) 23971209

干, 残渣加甲醇 25mL 使溶解, 作为供试品溶液。

表 1 正交实验因素水平表

实验条件	加水量(倍)	提取次数	提取时间(h)
1	8	1	1
2	10	2	1.5
3	12	3	2

对照品溶液的制备: 精密称取芍药苷 24.8mg, 置 25ml 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀即得 0.992mg/mL 的对照品溶液。

色谱柱: Irregular-H C18 4.6mm × 250mm, 10 μ m; 流动相: 甲醇-0.05mol/L 磷酸二氢钾(30:75); 检测波长 230nm; 流速: 1.0mL/min; 进样量: 20 μ L。

2.1.3 正交实验结果 水提取工艺为提取 2 次, 每次加 12 倍水, 煎煮 1.5h。试验安排及结果见表 2, 方差分析见表 3。

表 2 试验安排及结果

试验号	A	B	C	D	芍药苷含量 (mg/g 生药)
1	1	1	1	1	14.39
2	1	2	2	2	17.63
3	1	3	3	3	16.05
4	2	1	2	3	15.25
5	2	2	3	1	18.02
6	2	3	1	2	16.74
7	3	1	3	2	14.95
8	3	2	1	3	18.05
9	3	3	2	1	17.17
I	16.023	14.863	16.393	16.527	
II	16.670	17.900	16.683	16.440	
III	16.723	16.653	16.340	16.450	
R	0.700	3.037	0.343	0.087	

表 3 方差分析表

方差来源	方差平方和	自由度(f)	方差(s/f)	F 值	P 值
A	0.911	2	0.456	67.539	< 0.05
B	13.980	2	6.990	1036.381	< 0.01
C	0.205	2	0.102	15.185	> 0.05
D	0.013	2	0.007		

2.2 醇沉工艺研究

2.2.1 正交实验设计 采用一因素四水平和四因素二水平的实验方法确定醇沉工艺。见表 4。

表 4 因素水平表

水平	醇沉度数(%)	水溶液浓缩比例	pH 值	冷藏时间(h)
1	65, 75	1:1	6	24
2	65, 85	1:2	8	48
3	75, 85			
4	65, 75, 85			

2.2.2 含量测定方法 方法同 2.1.2。

2.2.3 正交实验结果 醇沉浓度为 65%, 75% 两次醇沉, 调节 pH 为 8, 冷藏 24h, 浓缩至 1:2。见表 5。

3 优化提取法的考察

根据水提醇沉的结果制成三批样品, 芍药苷含量分别为 14.74、14.69、14.81mg/g。

4 讨论

活血注射液为复方制剂, 本文只对其中赤芍一味药的实验进行报道。实验结果表明, 水提取工艺为提取 2 次, 每次加 12 倍水, 煎煮 1.5h; 醇沉浓度为 65%, 75% 两次醇沉, 调节 pH 为 8, 冷藏 24h, 浓缩至 1:2, 芍药苷含量较高。

表 5 试验安排及结果

试验号	A	B	C	D	E	芍药苷含量 (mg/g 生药)
1	1	1	1	1	1	14.55
2	1	2	2	2	2	14.70
3	2	1	1	2	2	11.59
4	2	2	2	1	1	15.53
5	3	1	2	1	2	12.68
6	3	2	1	2	1	11.19
7	4	1	2	2	1	13.78
8	4	2	1	1	2	11.19
I	29.25	52.60	48.52	53.95	55.05	
II	27.12	52.61	56.69	51.26	50.16	
III	23.87					
IV	24.97					
r	10.76	0.01	8.17	2.69	4.89	
方差来源	离差平方和	自由度	方差	F 值	显著性	
A	SSa	8.52	1	8.52	8.56	P < 0.05
B	SSb	0.00	1	0.00	0.00	
C	SSc	8.34	1	8.34	8.37	P < 0.05
D	SSd	0.90	1	0.90	0.91	
误差	SSe	2.99	3	1.00		
总	SS	20.76				

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2000. 125.
- [2] 王本祥. 现代中药药理学[M]. 天津: 天津科学技术出版社, 1997. 345.