

• 制剂工艺 •

白头翁汤提取工艺试验研究

时维静*, 崔全民, 李立顺
(安徽科技学院, 安徽 凤阳 233100)

[摘要] 目的: 筛选最佳白头翁汤提取工艺条件。方法: 观察白头翁汤不同水提液中的沉淀量。采用正交设计法, 以得膏率、小檗碱含量为指标, 考察加水倍数, 浸提时间, 浸提次数, 对该方提取的影响。结果: 浸提次数是影响最大的因素。结论: 白头翁汤提取工艺最优条件是浸提次数为 3 次, 浸提时间为 0.5 小时, 加水量为 9 倍药材量。

[关键词] 白头翁汤; 正交设计; 提取工艺; 干膏得率; 小檗碱含量

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)05-0001-03

The Experimental Study on Extraction Process of *Pulsatilla* Decoction

SHI Wei-ting, CUI Quan-ming, LI Li-shun
(Anhui Science and Technology University, Fengyang Anhui 233100, China)

[Abstract] **Objective:** To screen the optimal extraction process and condition of *Pulsatilla* Decoction. **Methods:** The amounts of sediment of water-extraction were observed. The factors of affecting extraction of effective ingredients including the added amount of water, the extracting time and times of extraction were studied by orthogonal design with the yield rate of dry extract and content of berberine hydrochloric as the indicator. **Results:** the times of extraction were the most significant affecting factor. **Conclusion:** The optimum condition for the extraction of *pulsatilla* Decoction was 3 times extraction, 0.5 h for extraction process and 9 times amount of water more than material medica.

[Key words] *Pulsatilla* Decoction; Orthogonal design; Extraction process; Dry extract yielding rate; content of berberine hydrochloric

白头翁汤源自《伤寒论》, 由白头翁、黄柏、黄连、秦皮 4 味药组成, 为治疗热毒痢疾之常用方^[1]。具有清热解毒, 凉血止痢之功效。白头翁含皂苷 5 种以上, 其中含量最多的是白头翁皂苷 A₃、皂苷 B₄; 黄连、黄柏含有小檗碱、药根碱; 秦皮含有七叶苷、七叶内酯^[2]。我们提取白头翁汤和文献报道的一致, “该汤剂在煎煮的过程中产生大量沉淀”^[3]。本文采用单煎、两两合煎与全方合煎比较对该方沉淀的影响。采用正交设计法, 以得膏率、小檗碱含量为指标, 考察加水倍数, 浸提时间, 浸提次数, 对提取物的得膏率的影响。为白头翁汤提取工艺的改进, 提供理论

依据。

1 仪器与试药

白头翁为毛茛科植物白头翁 *Pulsatilla chinensis* (Bge.) Regel 的干燥根茎, 产地: 安徽; 黄柏为芸香科植物黄檗 *Phellodendron amurense* Rupr. 的干燥去栓皮的树皮, 产地: 东北; 黄连为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch. 的干燥根茎, 产地: 四川; 秦皮为木犀科植物白蜡树 *Fraxinus chinensis* Roxb. 的干燥干皮, 产地: 湖北。以上均购自安徽沪谯中药饮片厂, 生产许可证: 皖 Y20010086, 批号: 2004 年 11 月 12 日。

高效液相色谱仪, 美国科学仪器公司生产, SSF-PC3000 型; FA1004 型电子天平, 上海精科天平厂; HH-4 型数显恒温水浴锅, 常州国华电器有限公司; 800 型离心沉淀器 (4000r/min), 上海手术器械十厂; ZK-82B 型真空干燥箱, 上海实验仪器总厂。

[收稿日期] 2005-02-20

[基金项目] 安徽省教育厅资助项目 (2003KJ066)

[通讯作者] 时维静, Tel: (0550) 6732184

盐酸小檗碱对照品, 中国药品生物制品检定所; 甲醇为色谱纯, 乙腈、磷酸二氢钾等其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 药物间配伍变化

2.1.1 水提取液离心后沉淀现象观察 称取白头翁、黄柏、黄连、秦皮各 20g, 将各味药分别加水 120mL, 浸泡 30min, 各煎煮提取 2 次, 每次 30 min, 用 100 目滤布过滤, 合并滤液, 水浴浓缩至 20mL(1:1), 混匀后取 5mL 于刻度离心管, 离心 5min(4000r/min), 观察沉淀现象, 见表 1。

表 1 各药提取所得滤液沉淀现象观察

药材	沉淀百分比(%)	药材	沉淀百分比(%)
白头翁	26	黄连	10
黄柏	3	秦皮	1

从表 1 结果看, 方中各药白头翁单提沉淀最多, 秦皮沉淀最少。

2.1.2 提取液两两混合后沉淀现象观察 将上述 4 种提取液摇匀后, 取等量两两混合, 取 5mL 于刻度离心管, 离心沉淀, 观察沉淀现象, 见表 2。

表 2 提取液两两混合后沉淀现象观察

混合药物	沉淀百分比(%)	混合药物	沉淀百分比(%)
白头翁+ 黄柏	10	黄柏+ 黄连	5
白头翁+ 黄连	12	黄柏+ 秦皮	2
白头翁+ 秦皮	8	黄连+ 秦皮	4

2.1.3 各药两两合煎液沉淀现象观察 将白头翁、黄柏、黄连、秦皮 4 味药每味药各取 10g 合并, 加水 120mL, 浸泡 30min, 分别两两合煎, 水浴煎煮提取两次, 每次 30min, 用 100 目滤布过滤, 合并滤液, 水浴浓缩至 20mL, 混匀后取 5mL 于刻度离心管, 离心沉淀, 观察沉淀现象, 见表 3。

表 3 两两合煎液沉淀现象观察

混合物	沉淀百分比(%)	混合物	沉淀百分比(%)
白头翁+ 黄柏	6	黄柏+ 黄连	3
白头翁+ 黄连	10	黄柏+ 秦皮	2
白头翁+ 秦皮	7	黄连+ 秦皮	4

2.1.4 全方共煎液沉淀现象观察 按处方量称取白头翁 15g, 黄柏 12g, 黄连 6g, 秦皮 12g, 加水 270mL, 浸泡 30min, 共煎, 水浴煎煮提取两次, 每次 30min, 用 100 目滤布过滤, 合并滤液, 水浴浓缩至 45mL, 混匀后取 5mL 于刻度离心管, 离心沉淀, 观察沉淀现象。全方四药共煎, 离心后沉淀为 7%。

从 2.1.1~ 2.1.4 的试验结果可以看出, 单提后两两混合, 两两合煎可使沉淀减少, 白头翁沉淀减少最为明显; 全方合煎沉淀率最少。由此可以推断白头翁汤合煎具有增溶作用, 水煎剂应以四药合煎最佳。

2.2 提取工艺的考察

2.2.1 传统制法 《伤寒论》白头翁汤制备: “上药 4 味, 以水七升(相当药材量的 31 倍), 煮取二升(约煮 1 小时), 温服一升, 不愈再服一升”(古一升现为 200mL)。经制备, 得膏量为 9.13g, 得膏率为 20.3%。
2.2.2 正交试验设计 通过反复预试验, 可知影响提取的因素主要有: A. 加水倍数(5 倍, 7 倍, 9 倍); B. 浸提时间(0.5h, 1h, 1.5h); C. 浸提次数(1, 2, 3)。用正交设计, 按 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验, 因素水平安排见表 5, 以白头翁汤的得膏率、小檗碱含量为考察指标, 对其 3 个影响因素进行优选。

表 4 正交试验因素水平

因素水平	加水倍数 A(倍)	浸提时间 B(h)	浸提次数 C(次)
1	5	0.5	1
2	7	1.0	2
3	9	1.5	3

表 5 $L_9(3^4)$ 正交试验结果

列号	加水倍数 A(倍)	浸提时间 B(h)	浸提次数 C(次)	得膏率 (%)	小檗碱含量(%)	综合分
1	5	0.5	1	9.97	28.13	20.87
2	5	1.0	2	19.74	30.84	26.00
3	5	1.5	3	23.87	51.17	40.25
4	7	0.5	2	20.41	39.04	31.59
5	7	1.0	3	25.65	54.49	42.95
6	7	1.5	1	16.68	32.83	26.37
7	9	0.5	3	25.28	55.28	43.28
8	9	1.0	1	17.57	33.97	27.41
9	9	1.5	2	23.19	35.23	30.41
T1	87.516	95.734	74.646			
T2	100.912	96.764	88.402			
T3	101.104	97.034	126.484			
R	13.588	1.3	51.838			

按处方量白头翁 15g, 黄柏 12g, 黄连 6g, 秦皮 12g 称取药材, 按照因素水平表(表 4)和 $L_9(3^4)$ 正交试验设计表(表 5)进行试验。采用回流提取, 提取液趁热用 100 目滤布过滤, 水浴浓缩, 至稠膏状。80℃真空干燥至恒重。称取各次浸膏重量, 并求出