

板兰根冲剂提取工艺 试验研究

李神革¹, 马 静²

(1 贵州遵义医院, 贵州 遵义 563002;

2 遵义市益民医院, 贵州 遵义 563002)

板兰根冲剂是我院自配的中药制剂, 在生产过程中, 我们发现煎煮时间及加水量对出膏率影响很大, 糖粉的用量、出膏的相对密度及乙醇的用量, 对提取制粒的合格率均有影响。因此, 我们用正交法, 采用 $L_9(3)^4$ 进行试验, 分别对提取制粒中的影响因素进行考察, 探讨较佳的工艺, 得到满意结果, 现报告如下。

1 试验方法

1.1 提取工艺的正交设计 根据传统的汤剂提取方法, 选定提取时间, 加水量为因素, 以浸膏收得率为考察指标, 选用

表 1 提取工艺正交实验表及结果

试验号	因 素			试验结果浸膏率 (%)
	A	B	A × B	
1	1	1	1	39.99
2	1	2	2	37.74
3	1	3	3	31.11
4	2	1	2	47.78
5	2	2	3	37.78
6	2	3	1	38.89
7	3	1	3	42.22
8	3	2	1	33.33
9	3	3	2	36.67
L_1	108.84	129.99	112.21	$G = \sum_{h=1}^m L_1 = 345.51$ $CT = 13264.1$
L_2	124.45	108.85	122.19	$Q = L_1^2 + L_2^2 + L_3^2$ $S = \frac{Q}{3} - CT$
L_3	112.22	106.67	111.11	$S_1 = 44.49$
$\frac{L_1}{3}$	36.28	43.33	37.40	$S_2 = 110.63$
$\frac{L_2}{3}$	41.48	36.28	40.73	$S_3 = 24.87$
$\frac{L_3}{3}$	37.41	35.56	37.04	$S_4 = 7.6$
R	5.2	7.05	3.29	

$L_9(3)^4$ 正交表进行试验。将板兰根、大青叶、蒲公英, 放入煎煮锅内, 加水煎煮 2 次, 合并滤液, 浓缩至浸膏, 低温干燥至恒重, 称重, 按公式浸膏率 = $\frac{\text{浸膏重}}{\text{生药重}} \times 100\%$ 计算浸膏重量, 见表 1。

1.2 制粒工艺正交设计 以糖粉用量、乙醇用量、浸膏相对密度及混和时间为因素, 以合格颗粒为指标, 进行正交试验, 因素水平见表 2。

表 2 实验因素水平表

因素	A	B	C	混合
水平	(糖粉: 浸膏)	(浸膏相对密度)	(乙醇用量 mL)	时间
1	(3: 1)	1.25~ 1.28	150	6min
2	(4: 1)	1.28~ 1.30	200	8min
3	(5: 1)	1.30~ 1.35	250	10min

1.3 选用 $L_9(3)^4$ 正交进行试验 将板兰根冲剂浸膏稀释到相对密度待用。将定量的白糖粉置于混合机内, 边混合边加入板兰根流浸膏, 然后加入乙醇, 混和均匀至规定时间得软材, 制粒, 烘干即可, 过 1 号、4 号筛, 待合格颗粒, 称重, 计算合格率见表 3。

表 3 正交试验方案和结果

试验号	试验方案				颗粒合格率 (%)
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	70.13
2	1	2	2	2	75.78
3	1	3	3	3	65.12
4	2	1	2	3	72.34
5	2	2	3	1	85.31
6	2	3	1	2	90.45
7	3	1	3	2	68.81
8	3	2	1	3	75.32
9	3	3	2	1	75.35
K_1	211.03	211.28	235.9	230.69	$G = \sum_{h=1}^m K_1 = 678.51$ $CT = \frac{G^2}{N} = 51152.9$
K_2	248.1	236.41	223.37	235.04	$S_1 = 252.05$ $S_2 = 116.03$
K_3	219.38	230.82	219.24	212.78	$S_3 = 50.15$ $S_4 = 92.76$
R	37.07	22.2	16.66	22.26	

2 结果分析

根据两轮实验结果, 初步确定板兰根冲剂较好生产工艺为: 将板兰根等药材加水煎煮 2 次, 煎煮时间依次为 1.5h、1h, 加水量依次为 13 倍、8 倍, 合并滤液, 浓缩至浸膏(比重为 1.30~ 1.35), 与糖粉按比例(浸膏 1: 糖粉 4)混和, 加入乙醇 150mL, 混和至规定时间得软材, 制粒, 烘干, 整粒即可。从

表 3 中可知, A 因素影响最大, 其次是 B、D、C, 其最佳工艺组成为 A₂B₃C₁D₂。

高效液相色谱仪测定 浏阳天麻中天麻素的含量

雷虹¹, 章军²

(1 长春中医学院, 吉林 长春 130061;

2 中国中医研究院中药研究所, 北京 100700)

天麻为兰科植物天麻 *Gastroelia elata* Bl. 的干燥块茎, 产于湖南浏阳大围山, 海拔 800m 以上的高寒山区进行的有性繁殖。

1 仪器、试剂和药品

惠普 1100 高效液相色谱仪, 乙腈为色谱纯, 水为高纯水, 其余试剂均为分析纯。

对照品: 天麻素为中国生物制品检定所提供(批号: 807-9201)。

原药材: 由中国中医研究院中药研究所何希荣鉴定。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 YWG-C18 10 μ m (4.6mm \times 250mm), 流动相: 乙腈-水-磷酸 (4: 96: 0.2), 流速: 1mL/min, 检测波长: 221nm, 柱温: 40 $^{\circ}$ C。

2.2 标准曲线的制备 精密称取天麻素对照品 0.00237g, 置于 10mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。制成浓度为 0.237mg/mL 天麻素对照品溶液。精密吸取天麻素对照品溶液 2.34、5.6 μ L, 注入高效液相色谱仪, 测定峰面积, 以峰面积为纵坐标, 天麻素的量为横坐标, 做回归方程为: $Y = 14949.742335 \times 10^6 X - 45076.7 \times 10$, $r = 0.9996$, 天麻素在 $4.74 \times 10^{-4} \sim 14.22 \times 10^{-4}$ mg 范围内呈良好线性关系。

2.3 精密度的实验 精密吸取天麻素对照品溶液, 5 次进样相同体积的量, RSD 为 0.5%, 表明精密度良好。

2.4 样品溶液的制备 取天麻样品粗粉 (40 目) 3.00g, 置于索氏提取器中, 加甲醇 25mL 浸泡过夜, 再加甲醇 20mL, 水浴加热 (90 $^{\circ}$ C) 提取 6.5h。提取液置于 100mL 容量瓶中, 以甲醇洗涤滤纸筒及索氏提取器, 洗液并入量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。精密吸取 2mL, 加中性氧化铝 1.2g, 拌匀蒸干, 过中性氧化铝柱 (3g), 湿法装柱, 以 70% 甲醇 40mL 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 用甲醇定容至 5mL 量瓶中, 微孔滤膜 (0.45 μ m) 过滤, 作为样品溶液, 平行做两份。

2.5 样品溶液的测定 将 2.4 项下的样品溶液按上文色谱条件测天麻素含量, 结果见表 1。

表 1 天麻样品中天麻素含量

编号	天麻素含量 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	0.314	0.319	2.2
2	0.324		

3 结论

本实验采用高效液相色谱法, 测定了湖南浏阳产天麻中天麻素的含量。其方法简便, 准确, 效果好, 可为天麻中天麻素的质量控制提供有效指标。

甘草三参合剂对小白鼠 耐缺氧作用的实验研究

胡继鹰, 潘克英, 孙江桥, 吕银娟

(湖北中医学院, 武昌 430061)

甘草三参合剂主要由炙甘草、红参、丹参、苦参、麦冬等 8 味中药组成, 临床观察表明对心气虚、血虚等引起的心悸、胸闷、气短有很好疗效。为了验证该方的效果, 我们利用小白鼠进行了耐缺氧作用的实验研究, 现将结果报告如下。

1 材料和方法

1.1 动物及分组 昆明小白鼠 100 只, 体重 (20 \pm 2) g (清洁级, 合格证号: 鄂医动字第 19-052)。将小白鼠随机分为五组: 甘草三参合剂大、中、小剂量组, 绞股蓝总甙片阳性对照组, 生理盐水阴性对照组, 每组 20 只, 负重游泳实验和常压缺氧实验各 10 只。

1.2 药物 中药材购自武昌药材公司, 采用水煮醇沉法提取药液, 经浓缩使药液浓度为 2g/mL, 4 $^{\circ}$ C 冰箱保存备用。

绞股蓝总甙片: 陕西安康中药厂生产, [批准文号 (90) 卫药准字 Z-04 号, 批号 20011130]。

1.3 给药方法 各组按剂量给小白鼠灌胃, 给药量 0.14mL/10g (大剂量 2g/mL, 中剂量 1g/mL, 小剂量 0.5g/mL, 绞股蓝总甙片 2.61mg/mL), 阴性对照给予等体积的生理盐水。每天一次, 共 7d。

1.4 实验方法

1.4.1 小白鼠负重游泳实验 每只小白鼠尾根部系一重物 (重物的重量与动物体重成正比, 每 10g 动物系 1g 重物), 放入水深 20cm, 水温 20.0 \pm 0.5 $^{\circ}$ C 的水池中游泳。观察小白鼠自放入水中至头部沉入水中 10s 后不能浮出水面的游泳时间。

1.4.2 小白鼠常压缺氧实验 将小鼠放入盛有 15g 钠石灰的 250mL 的广口瓶中 (每瓶放一只), 瓶口盖严, 防止漏气。观察自小白鼠放入瓶内起至小鼠呼吸停止的时间。

2 结果与讨论

收稿日期: 2003-06-16

基金项目: 湖北省教育厅重点课题 (2001A04012)