

# 健脾促动颗粒提取工艺研究

曾祖平, 何 薇, 王永红  
(北京市中医研究所, 北京 100010)

**摘要:**目的: 确定健脾促动颗粒的提取工艺。方法: 以挥发油得率、水提液出膏率和总黄酮含量、正丁醇浸出物量为指标, 选择挥发油的提取、包合条件及水提液的精制条件。结果: 加水 10 倍量、浸泡 3h 的挥发油得率高; 挥发油包合时其与  $\beta$ -CD 的配比为主要影响因素; 水提液醇沉浓度为 70% 时出膏率低而总黄酮含量和正丁醇浸出物含量高。结论: 提取挥发油条件为加水 10 倍量、浸泡 3h 后提取 8h; 挥发油包合条件为油:  $\beta$ -CD: 水 = 1: 6: 100, 50 °C 搅拌 2h; 水提液的醇沉浓度为 70%。

**关键词:** 挥发油; 总黄酮总量; 正丁醇浸出物

中图分类号: R284.2 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2005)03-0003-02

健脾促动方由枳实、柴胡、白术、丁香等药味组成, 具有舒肝理气、健脾消胀之功效, 是我所“中医脾胃重点学科”中“脾主动化”的研究内容之一。为方便使用, 保证疗效, 我们将颗粒剂进行了提取工艺研究。

## 1 仪器与试药

Z93-1 型多功能电动搅拌器(天津市利华仪器厂), LD5-2A 离心机(北京医用离心机厂), 7530 型分光光度计(上海分析仪器厂), ZK-72 型真空干燥箱(上海实验设备总厂), AEL-200 精密分析天平(湘仪)。

处方药材(北京鹤延龄中药饮片有限公司), 橙皮苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 721-8601), 枳实对照药材(中国药品生物制品检定所, 批号 936-9903), 柴胡对照药材(中国药品生物制品检定所, 批号 0992-200001),  $\beta$ -环糊精(陕西省佳县生物化学工业公司, 纯度 99%), 其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 挥发油的提取与包合

**2.1.1 加水量比较** 取处方 10 倍量的丁香和其它群药各 2 份, 分别加入药量 5 倍和 10 倍的水, 提取相对密度大于 1 和小于 1 的挥发油, 结果见表 1。确定丁香和其它群药加 10 倍量水提取挥发油。

**2.1.2 浸泡和提取时间的确定** 取处方 15 倍量的丁香和其它群药各 2 份, 分别加药量 10 倍的水, 1 份浸泡 3h、另 1 份不浸泡, 分别提取挥发油, 结果见表

2。选择丁香和其它群药浸泡 3h 后, 提取挥发油 8h。

表 1 加水量对挥发油提取的影响(ml)

药物	加水量/倍	提油时间(h)			
		5	6	8	10
丁香	10	3.0	4.0	4.2	4.3
	5	3.5	3.3	3.5	3.7
群药	10	1.3	1.7	1.8	1.9
	5	1.3	1.4	1.4	1.5

表 2 浸泡对挥发油提取的影响(ml)

药物	浸泡	提油时间(h)				
		3	5	6	8	10
丁香	—	5.0	6.5	7.5	8.5	8.5
	3h	7.5	8.0	8.4	8.6	
群药	—	1.8	2.1	2.4	2.6	2.6
	3h	2.4	2.6	2.7	2.8	

**2.1.3 挥发油的包合<sup>[1]</sup>** 为了减少挥发性成分的损失, 增加成品的稳定性, 保证临床疗效, 将挥发油制成  $\beta$ -环糊精( $\beta$ -CD) 包合物。采用饱和水溶液法进行包合。根据预试验及有关文献, 选择了  $\beta$ -CD 与油的配比、包合温度两个影响因素, 每个因素设计了两个水平, 以挥发油得率为评价指标, 经试验确定挥发油的包合条件为挥发油:  $\beta$ -CD: 水 = 1: 6: 100, 50 °C 搅拌 2h。

### 2.2 药材提取与精制

**2.2.1 样品制备** 丁香加水 10 倍量浸泡 3h, 提取相对密度在 1.0 以上的挥发油 8h, 药渣及蒸馏后的水溶液备用; 除丁香外的其它药味加水 10 倍量浸泡 3h, 提取相对密度在 1.0 以下的挥发油 8h, 药渣和蒸馏后的水溶液备用。以上两药渣合并, 加水 8 倍量

水煎煮 1.5h, 滤过; 滤液浓缩至小量, 加入上述两种蒸馏后的水溶液, 继续浓缩至相对密度 1.10~ 1.15 (50℃)。

**2.2.2 出膏率测定** 精密吸取上述浓缩液 10ml 共 9 份, 搅拌下加入 95% 乙醇, 使含醇量分别达 (50、60、70)%, 每个浓度平行操作 3 份, 冷藏过夜后离心 (4000r/min, 20min), 上清液置于已恒重的蒸发皿中水浴蒸干, 置真空干燥箱中真空干燥 (真空度 0.1MPa, 温度 60℃) 9h, 取出, 干燥器内放冷后称重, 计算出膏率, 结果见表 3。

**2.2.3 总黄酮含量测定<sup>[2]</sup>** 以枳实中所含的橙皮苷为代表, 采用比色法测定 3 种醇沉浓度处理后的总黄酮含量。

精密称取橙皮苷对照品 4.3mg 于 50mL 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 得浓度为 0.086mg/mL 的标准溶液。取 2.2.2 中得到的 3 种干膏约 0.1g 于具塞三角瓶中, 精密称定, 加甲醇 20mL 浸泡过夜, 超声处理 10min, 定量滤纸滤入 25mL 容量瓶中, 甲醇定容。精密吸取各定容液 0.2mL 于 10mL 容量瓶中, 甲醇稀释至刻度, 得 3 种供试液。以甲醇作参比, 取标准溶液和 3 种供试液在 220nm~ 400nm 进行扫描, 得各自的吸收曲线。可见四种曲线峰形基本一致, 橙皮苷的最大吸收为 285nm, 3 种供试液的最大吸收分别为 (284.2、283.2、284) nm。确定 285nm 为测定波长。

精密吸取标准溶液 (0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0) ml 分别置于 10mL 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 采用紫外分光光度法<sup>[3]</sup> 在 285nm 处测定吸收度。以吸收度为纵坐标, 浓度为横坐标, 得标准曲线  $Y = 31.62126X - 0.00073$ ,  $r = 0.9996$ , 线性范围在 0.0043 ~ 0.0258mg/mL 之间。同法在 285nm 处测定各供试液吸收度, 根据标准曲线计算出浓度, 以橙皮苷计算总黄酮含量, 结果见表 3。

**2.2.4 正丁醇浸出物测定<sup>[3]</sup>** 取 2.2.2 中得到的 3 种干膏约 2g, 精密称定, 置于 100mL 具塞三角瓶中, 加入正丁醇 50mL, 塞紧, 称定重量, 放置 1h, 回流提取 1.5h。放冷, 取下三角瓶, 塞紧, 称定重量, 用正丁醇补足至原重量, 摇匀, 滤过, 精密吸取滤液 25ml, 置已干燥至恒重的蒸发皿中, 水浴蒸干, 于 105~ 110℃ 干燥 3h, 移置干燥器中, 冷却 30min, 精密称定, 计算

正丁醇浸出物含量, 结果见表 3。

由表 3 的各项试验结果可见, 醇沉浓度达 70% 时, 出膏率最低, 而干膏中总黄酮含量和正丁醇浸出物含量最高, 所以选择 70% 醇沉浓度作为水提浓缩液的精制条件。

表 3 不同浓度乙醇处理后的实验结果 (n=3, %)

样品醇沉浓度	出膏率	总黄酮含量	正丁醇浸出物含量
50	26.23	23.22	10.02
60	27.44	24.28	11.44
70	24.64	26.08	12.96

### 3 结论与讨论

健脾促动颗粒中大多数药味都含有挥发油, 具有芳香气味。工艺设计为提取挥发油。由于丁香挥发油中的主要成分为丁香酚, 占 70%~ 90%, 而丁香酚相对密度大于 1, 其它药味主要提取相对密度小于 1 的挥发油, 故分开提取。

根据处方中药味含有的化学成分的理化性质, 选择水为溶媒进行提取。采用双提法, 在水煎煮的同时提取挥发油, 一举两得; 考虑到处方的整体性及各药味间的相互作用, 第二次提取采取提过挥发油的药渣合煎的方法。曾经尝试采用澄清剂对水提液进行精制, 后因成分残留及除杂效果等问题而放弃, 选用公认的乙醇沉淀法精制, 以出膏率、总黄酮含量和正丁醇浸出物含量为考核指标, 选择出了合理的乙醇沉淀浓度。曾对三种醇沉浓度得到的样品进行有效成分的薄层层析鉴别, 结果均能检出枳实和柴胡中的成分, 说明乙醇沉淀法可以保留药液中的有效成分。正丁醇浸出物反映了柴胡等药味所含皂苷类成分的水平。

#### 参考文献:

- [1] 曾祖平, 荷薇, 王永红, 等. 健脾促动颗粒挥发油  $\beta$ -环糊精包合物的实验研究 [J]. 北京中医, 2002, 21(4): 121-122.
- [2] 杨中林, 韦英杰, 何执静, 等. 骨碎补不同炮制品中总黄酮及柚皮苷含量测定 [J]. 中国中药杂志, 2001, 26(10): 682-684.
- [3] 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. 附录 VA, XA.