

• 药剂 •

# 喘宁颗粒醇提取工艺的研究

董金香, 邱智东, 王 凯

(长春中医学院药学院, 吉林 长春 130021)

**摘要:**目的: 优选喘宁颗粒的最佳醇提工艺。结果: 乙醇回流法优于渗漉法。结论: 本方最佳醇提工艺是乙醇回流, 最佳条件是加4倍量80%乙醇, 回流提取3次, 每次2h。

**关键词:** 喘宁颗粒; 乙醇回流法; 渗漉法; 正交设计; 齐墩果酸

中图分类号: R283.6 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2003)02-0001-02

## Study on Alcohol-extracting Process for Chuanning Granule

DONG Jin-xiang, QIU Zhi-dong, WANG Kai

(Changchun College of TCM, Changchun 130021, China)

**Abstract:** Objective: To optimize the alcohol-extracting process for Chuanning granule. The refluxing method is better than percolation. Conclusion: The optimum alcohol-extraction technique is refluxing, the extraction conditions were optimized as follows: fowfold 80% alcohol for three times and each for two hours.

**Key words:** chuanning granule; the refluxing method; extraction process; orthogonal design; oleanolic acid

喘宁颗粒是由女贞子、补骨脂、五味子等六味中药组成的中药复方制剂, 具有益气化痰, 止咳平喘之功效。临床上用于小儿肺热咳喘。根据处方中药材所含有有效成分的性质, 有的药材需要以水为溶剂提取, 有的药材需要以乙醇为溶剂提取。本文对需要以乙醇为溶剂提取的药材(女贞子、补骨脂、五味子)的提取工艺进行了研究, 现报告如下。

### 1 实验仪器 材料

C<sub>s</sub>-930型薄层扫描仪(日本岛津), 齐墩果酸标准品(中国药品生物制品检验所), 硅胶G(青岛海洋化工厂), 实验用药材均购自长春市药材公司, 经检验符合《中国药典》2000版一部该药材项下有关规定, 所用试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

**2.1 药材提取方法及考察指标的确定** 以乙醇为溶剂提取药材, 目前常用的提取方法有回流提取法和渗漉法。因此本文分别对这两种方法进行考察以优选药材的最佳提取方法。处方中女贞子为方中臣药, 文献报道其主要有效成分为齐墩果酸, 且含量比较稳定, 故以齐墩果酸的提取总量为考察指标。

#### 2.2 乙醇回流提取法的考察

**2.2.1 正交设计** 根据预试验的结果, 确定应用乙

醇回流提取法影响实验结果的主要因素有A: 乙醇浓度 B: 每次加乙醇量 C: 每次提取时间 D: 提取次数4个因素, 我们为每个因素确定了3个水平, 应用L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交表安排试验。因素水平数见表1, 表头安排见表2。

表1 回流提取工艺因素水平表

水平	乙醇浓度 (A, %)	乙醇量 (B, 药材倍数)	回流时间 (C, h)	提取次数 (D, 次数)
1	70	3	1.0	2
2	80	4	1.5	3
3	90	5	2.0	4

表2 回流提取工艺正交试验表及结果

试验号	因 素				齐墩果酸 提取总量 (mg)
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	169.956
2	1	2	2	2	206.279
3	1	3	3	3	219.744
4	2	1	2	3	201.388
5	2	2	3	1	236.058
6	2	3	1	2	210.689
7	3	1	3	2	210.481
8	3	2	1	3	160.648
9	3	3	2	1	153.548
k <sub>1</sub>	595.979	581.825	541.293	559.562	
k <sub>2</sub>	648.135	602.985	561.215	627.449	
k <sub>3</sub>	524.677	583.981	666.283	581.780	
R	123.458	21.160	124.990	67.887	

### 2.2.2 齐墩果酸的含量测定 标准曲线的制备

精密称取齐墩果酸标准品 5.08mg 于 5ml 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 用定量毛细管分别吸取 1、2、3、4、5、6μl 分别点于同一块硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-丙酮-乙酸乙酯-甲酸(15: 6: 6: 3: 0.6) 为展开剂展开, 以 10% 硫酸乙醇液显色, 以 λ 为 530nm, λ<sub>r</sub> 为 650nm 双波长锯齿扫描, 测定各斑点积分面积, 以测得的积分面积为横坐标, 点样量(μg) 为纵坐标, 得回归方程 Y= 481.414X+ 2978.543, r= 0.9996, 表明齐墩果酸在 1.016~ 6.096(μg) 之间线性关系良好。

**试验操作** 按处方量称取醇提药材, 粉碎成粗粉, 按表 2 条件进行回流提取, 合并提取液, 滤过, 滤液回收乙醇, 浓缩干燥到恒重, 精密称定, 测定总浸出物中齐墩果酸的提取量, 结果见表 2。

**样品含量测量** 取按正交试验号制得的醇提取物干粉约 0.5g, 精密称定, 加甲醇 50ml, 超声波提取 20min, 滤过蒸干, 残渣用 20ml 水制成混悬液, 用乙醚提取 4 次, 每次 20ml, 合并醚液蒸干, 残渣加甲醇溶解并定容至 10ml, 得供试液。用定量毛吸管分别吸取标准品液 1μl、3μl 及各试验号下样品液 4μl 点于同一块硅胶 G 板上, 余下按标准品测定操作方式进行, 以外标两点法计算齐墩果酸含量, 其结果见表 2。

**2.2.3 结果分析** 由以上实验结果直观分析可知, 最佳工艺为 A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>3</sub>D<sub>2</sub>, 即加 80% 乙醇, 4 倍量, 回流提取 3 次, 每次 2h。

### 2.3 渗漉法的考察

**2.3.1 正交设计** 根据预试验的结果, 确定应用渗漉法影响实验结果的主要因素有 A: 乙醇浓度、B: 浸泡时间、C: 渗漉速度 3 个因素, 我们为每个因素确定了 3 个水平, 应用 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交表安排试验。因素水平数见表 3。

表 3 渗漉提取工艺因素水平表

水平	乙醇浓度(A, %)	浸泡时间(B, h)	渗漉速度(C, ml/kg·min)
1	40	6	3
2	60	12	5
3	80	24	7

**试验操作** 按处方量称取醇提药材, 粉碎干燥到恒重, 按表 5 条件进行渗漉提取, 滤过, 滤液回收乙醇, 浓缩干燥到恒重, 精密称定, 测定总浸出物中齐墩果酸的提取量结果见表 4, 结果方差分析见表 5。

表 4 渗漉提取工艺正交试验表及结果

试验号	因素				齐墩果酸 提取总量 (mg)
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	102.416
2	1	2	2	2	116.027
3	1	3	3	3	126.552
4	2	1	2	3	142.306
5	2	2	3	1	140.288
6	2	3	1	2	122.390
7	3	1	3	2	170.905
8	3	2	1	3	137.200
9	3	3	2	1	148.704
k <sub>1</sub>	344.995	415.627	362.006	391.408	
k <sub>2</sub>	404.984	393.515	407.037	409.322	
k <sub>3</sub>	456.809	397.646	437.745	406.058	
R	111.814	22.112	75.739	17.914	

表 5 渗漉提取工艺结果方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	均方	F	P
A	2087.43	2	1043.72	34.40	< 0.05
B	92.15	2	46.08	1.52	> 0.05
C	967.47	2	483.74	15.94	> 0.05
D(误差)	60.69	2	30.35		

**2.3.2 齐墩果酸的含量测定** 测定方法同 2.2.2。

**2.3.3 结果分析** 由以上实验结果方差分析表明, A 水平变化对实验结果有显著影响, 结合直观分析可知, 最佳工艺为 A<sub>3</sub>B<sub>1</sub>C<sub>3</sub>, 即 80% 乙醇, 浸泡 6h, 渗漉速度为 7ml/kg·min。

**2.4 两种提取方法的工艺比较** 取醇提药材, 按上述两种方法的最佳工艺提取, 结果, 乙醇回流法提取的齐墩果酸总量为 248.166mg, 渗漉法提取的齐墩果酸总量为 181.207mg, 故乙醇回流法优于渗漉法。

### 3 讨论

本实验选取醇提药材中有效成分齐墩果酸的含量为优选正交方案的指标, 采用双波长薄层扫描法进行测定, 试验结果表明, 该方法可行, 稳定性、重现性、精密性及加样回收率试验均较理想。

实验结果表明, 喘宁颗粒醇提工艺应采用乙醇回流法, 最佳工艺条件为加药材 4 倍量 80% 乙醇, 回流提取 3 次, 每次 2h。

#### 参考文献:

- [1] 贺福元, 邓元江, 陈玉云, 等. 头痛康颗粒剂提取工艺的研究[J]. 中成药, 2000, 22(10): 687-690.
- [2] 刘道芳, 袁敏. 优选冠心灵魂药膜醇提部分提取工艺[J]. 中成药, 1999, 21(9): 446-447.
- [3] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 广州: 广东科技出版社, 2000, 34.