

少儿脾胃舒口服液工艺研究

马卓, 冯汉鸽 (湖北中医学院附属医院药剂科, 武汉 430061)

关键词: 正交设计; 少儿脾胃舒口服液; 生产工艺; 黄芪甲苷

中图分类号: R283.6 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2001)06-0013-01

少儿脾胃舒口服液由黄芪、山楂、白术等中药组成, 具有补益脾胃, 消食和中, 增加小儿食欲, 改善厌食症的功效。本文采用正交试验法, 以黄芪甲苷含量为考察指标, 筛选出最佳提取工艺条件。

1 材料 实验用药材由湖北中医附院药剂科提供, 经鉴定符合《中国药典》一部规定。所用试剂均为分析醇。黄芪甲苷对照品(0781-9804)(中国生物制品检定所)。

2 仪器 岛津 CS-930 型薄层扫描仪 岛津 U-235 积分仪; CAMAG 薄层自动涂布仪。

3 试验设计 因黄芪为君药, 且黄芪甲苷为本方中主要有效成分之一, 本实验选择影响黄芪甲苷含量的主要因素: 加水量、含醇量、煎煮时间、煎煮次数作为考察对象, 选用正交表 $L_9(3^4)$ 表安排正交试验, 寻找最佳的提取工艺(见表1)。

表1 试验因素表

水平	加水量 A	含醇量 B	煎煮时间 C	煎煮次数 D
1	6 倍	70%	1h	1 次
2	8 倍	50%	1.5h	2 次
3	10 倍	二次醇沉	2h	3 次

注: 二次醇沉浓度为第一次 60%, 第二次 80%

4 方法

4.1 样品制备 按少儿脾胃舒处方称取一定量的药材, 按正交表设计进行实验制得样品。取样品 20ml 用乙醚先脱脂药液, 以氯仿-正丁醇(2:1)萃取 3 次, 每次 15ml, 合并提取液, 蒸干, 加 2% KOH-甲醇溶液 50ml 回流提取 1h, 提取液蒸干, 残渣加水 10ml 使溶, 加氯仿-正丁醇(2:1)振摇提取 3 次, 每次 15ml, 合并提取液, 蒸干, 甲醇定溶, 为供试品溶液。

4.2 对照品溶液的制备 精密称取黄芪甲苷对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 为对照品溶液。

4.3 测定法 精密吸取供试品溶液 5 μ l 与 10 μ l, 对照品溶液 1 μ l 与 10 μ l, 分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-甲醇-水(65:35:10)(10℃以下放置过夜)的下层溶液为展开剂, 展开, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105℃ 烘约 7min, 至呈现清晰的紫红色斑点, 取出, 薄层扫描, 薄长 520nm, 测得供试品吸收度积分值与对照品吸收度积分值, 计算即得。见表 2, 表 3。

5 结果

对于黄芪甲苷含量, 4 因素均为非常显著因素, 其中 B 醇沉浓度 > 加水量 > 煎煮时间 > 煎煮次数, 因 B 的 1、2 方法对含量影响不大, 但 2 对澄明度有影响, 所以提示最佳组合为 $A_3B_1C_3D_2$, 即加 10 倍的水, 醇沉 1 次, 浓度为 70%, 煎煮次数为 2 次, 每次 2h。但从缩短生产周期, 节约能源角度考虑, 提取时间可由 2h 缩短为 1h。重复最佳条件, 黄芪甲苷得率有大幅度提高。

表2 正交设计实施方案、结果与统计分析表

实验号	因素				实验结果				合计					
	A	B	C	D	Y_1	Y_2	Y_3	Y_i	Y_i					
1	1	1	1	1	4.51	4.22	4.32	13.05	170.30					
2	1	2	2	2	5.64	5.51	5.75	16.90	285.61					
3	1	3	3	3	3.73	3.82	3.72	11.27	127.01					
4	2	1	2	3	7.05	7.10	6.92	21.07	443.94					
5	2	2	3	1	7.93	7.81	7.52	23.26	541.03					
6	2	3	1	2	3.20	3.25	3.23	9.68	93.70					
7	3	1	3	2	9.46	9.35	9.62	28.43	808.26					
8	3	2	1	3	7.10	7.61	7.82	22.53	507.60					
9	3	3	2	1	4.02	4.03	4.05	12.10	146.41					
I_j	41.22				62.55				45.26	48.41				
II_j	54.01				62.69				50.07	55.01				
III_j	63.06				33.05				62.96	54.87				
I_j^2	1699.09				3912.50				2048.47	2343.53				
II_j^2	2917.08				3930.04				2507.00	3026.10				
III_j^2	3976.56				1092.30				3963.96	3010.72				
R_j	8592.73				8934.84				8519.43	8380.35				
$R_{j/9}$	954.75				992.76				946.60	931.15				
S_i	26.76				64.77				18.61	3.16				
$F_{1-0.10}(2, 18) = 2.62$					$F_{1-0.05}(2, 18) = 3.55$					$F_{1-0.01}(2, 18) = 6.01$				

表3 方差分析

来源	平方和	自由度	均方和	F 比	显著性
A	$S_A = S_1 = 2626$	2	$S_{1/2} = 13.38$	514.62	极为显著
B	$S_B = S_2 = 64.77$	2	$S_{2/2} = 32.39$	1245.77	极为显著
C	$S_C = S_3 = 18.61$	2	$S_{3/2} = 9.31$	358.08	极为显著
D	$S_D = S_4 = 3.16$	2	$S_{4/2} = 1.58$	60.77	极为显著
误差 E	$E_{B2} = 0.47$	18	$S_{E2/18} = 0.026$		