

# 用正交试验法对宣肺祛痰口服液中 盐酸麻黄碱提取工艺的研究

何夏秋, 贺建华, 马燕琼, 杨 蕾, 刘建勋, 吴晓洋  
(中国中医研究院西苑医院, 北京 100091)

**摘要:** 采用正交设计法, 以提取干膏量和盐酸麻黄碱含量为考察指标, 对宣肺祛痰口服液的加水量、水煮时间、提取次数三因素进行优选研究。确定了合理可行的工艺条件, 即加水量为 25 倍量(10.8.7)、煎煮三次、每次 1.5h。含量测定方法为薄层扫描法。

**关键词:** 正交设计; 宣肺祛痰口服液; 盐酸麻黄碱; 薄层扫描

中图分类号: R283.6 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2001)04-0006-02

## Studies on Extracting Techniques of *Xuanfei Qutan* Oral Liquid by Orthogonal Design

HE Xia-qiu, HE Jian-hua, MA Yan-qiong, YANG Lei, LIU Jian-xun, WU Xiao-yang  
(Xiyuan Hospital, China Academy of Traditional Chinese Medicine, Beijing, 100091)

**Abstract:** The optimized extracting condition of *Xuanfei Qutan* Oral Liquid were investigated by determining the dried extract and the content of ephedrine chloride with orthogonal design method. Three factors, water volume, decocting time and extracting times, were considered to effect the extracting efficiency of active component. The reasonable extracting conditions were to decoct for three times with water for 1.5 hour each times, and the total water volume were 25 times corresponding to the herbal weight. The quantitative method of ephedrine chloride was used by TLC-scanning method.

**Key words:** Orthogonal design, *Xuanfei Qutan* Oral liquid, ephedine chloride, TLC-scanning method

宣肺祛痰口服液系由麻黄、生石膏、苦杏仁等中药经提取加工制成的口服液, 具有清热解毒、宣肺平喘、祛痰止咳的功能。临床用于治疗外感犯肺、肺失清肃、痰涎壅盛之咳喘。

根据处方可知该药中主要有效成分为生物碱、黄酮甙及甙元、强心甙、有机酸、氨基酸等, 其中大多数化合物为水溶性成分, 如生物碱类<sup>[1]</sup>、黄酮甙、氨基酸, 故选择水作为溶剂, 采用混煎法, 可提取出大部分有效成分。另外, 处方中还含有挥发性的药物, 如: 鱼腥草<sup>[3]</sup>、金银花, 先行水蒸汽蒸馏, 收集挥发油及芳香水, 另器保存; 水液滤过留用。这样, 既提取了挥发性成分, 又提取了水溶性成分, 使得疗效进一步提高。因此, 本文选定对加水量、提取时间、提取次数作为考察因素, 对工艺进行优选。

## 1 仪器、药品与试剂

仪器: 岛津 Cs-920 型薄层扫描仪, 定量毛细管(美国生产)。

药品试剂: 盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所提供, 批号为 714-9202 其纯度为 99.84%), 药材为北京药材公司提供, 其余试剂均为分析纯。

## 2 正交试验设计

**2.1 试验因素与水平的确立** 根据本方中的君药, 选取麻黄中的盐酸麻黄碱和处方干膏量作为考察指标, 选用  $L_9(3^4)$  正交试验表安排试验<sup>[4]</sup>, 对工艺中加水量(A), 煎煮时间(B), 煎煮次数(C)三个因素进行考察, 同时, 每个因素取三个水平。见表 1

表 1 因素和水平表

	A(加入倍数)	B 煮提时间(min)	C 煮提次数(次)
1	11	90	1
2	18	60	2
3	25	40	3

**2.2 试验方法与结果<sup>[1,2]</sup>** 按处方配比称取药材 45g, 共 9 份。按  $L_9(3^4)$  正交试验表所列条件进行样品的水煮醇沉工艺提取处理, 得到浸膏一式分为三份, 其中一份蒸干称取浸膏重量, 另两份按下述方法测定盐酸麻黄碱的含量。分别加入 5ml 氨水使碱

化,移至分液漏斗中,以乙醚萃取5次,每次25ml,合并乙醚液,加5ml 5%的盐酸溶液溶解,溶液蒸干,残渣加入甲醇2ml定容,作为供试品液;另取盐酸麻黄碱对照品,加甲醇制备成每ml含1.0mg的溶液,作为对照品液;照薄层色谱法(中国药典2000年版一部附录VIB)试验,精密吸取供试品溶液10 $\mu$ l、对照品溶液1 $\mu$ l、2 $\mu$ l,分别交叉点于同一块0.2%的羧甲基纤维素钠的硅胶G板上,以氯仿-甲醇-氨水(40:7:1)为展开剂,展开,取出,热风吹干。喷以2%的茚三酮试液,于波长513nm处测定,结果见表2。

表2 试验安排和试验结果(n=2)

	A	B	C	空白	浸膏量(g)	盐酸麻黄碱含量(mg/g)
1	1	1	1	1	3.38	1.02
2	1	2	2	2	5.17	3.37
3	1	3	3	3	4.62	2.57
4	2	1	2	3	4.20	1.96
5	2	2	3	1	5.52	2.18
6	2	3	1	2	4.40	1.32
7	3	1	3	2	5.59	4.87
8	3	2	1	3	4.55	1.71
9	3	3	2	1	4.79	3.34
K1	13.17	13.17	12.33	13.69	$G = \sum_{i=1}^9 Y_i = 42.22$	
K2	14.12	15.24	14.16	15.16	$CT = G^2/9 = 198.06$	
K3	14.93	13.81	15.73	13.37	$Q = K_1^2 + K_2^2 + K_3^2$	
R	0.59	0.69	1.13	0.60	$S = Q/3 - CT$	

以上为浸膏量作为指标的结果

K1	6.96	7.85	4.05	6.54	$G = \sum_{i=1}^9 Y_i = 22.34$	
K2	5.46	7.26	8.67	9.56	$CT = G^2/9 = 55.45$	
K3	9.92	7.23	9.62	6.24	$Q = K_1^2 + K_2^2 + K_3^2$	
R	1.49	0.21	1.86	1.11	$S = Q/3 - CT$	

以上为盐酸麻黄碱作指标的结果

### 2.3 试验数据统计与方差分析,结果见表3、表4。

表3 浸膏量方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F值	显著性
B	$S_B = 0.75$	2	0.38	1.46	$P > 0.05$
C	$S_C = 1.93$	2	0.97	3.73	$P > 0.05$
D	$S_D = 0.61$	2	0.31	1.19	$P > 0.05$
误差 <sub>E</sub>	$S_E = S_A = 0.52$	2	0.26		
$F_{0.05}(22) = 19.00 \quad F_{0.01}(22) = 99.00$					

表4 盐酸麻黄碱含量方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F值	显著性
A	$S_A = 3.43$	2	1.72	43.00	$P < 0.05$
C	$S_C = 5.92$	2	2.96	74.00	$P < 0.05$
D	$S_D = 2.25$	2	1.13	28.25	$P < 0.05$
误差 <sub>E</sub>	$S_E = S_B = 0.0$	2	0.04		
$F_{0.05}(22) = 19.00 \quad F_{0.01}(22) = 99.00$					

根据表3、表4数据证明,提取次数对指标影响最大,加水量、提取时间影响次之。综合两种指标认为,提取次数为主要影响因素,两个指标最佳条件基本相似;浸膏得量、盐酸麻黄碱含量与提取次数、时间有密切关系。因此,最优生产条件选定为A<sub>3</sub>B<sub>1</sub>C<sub>3</sub>,即加水量为25倍量(10.8.7)、煎煮三次,每次1.5h。  
2.4 验证试验 按已筛选出的制备工艺进行验证试验,结果见表5。

表5 浸膏率试验数据表

投药量(g)	出膏量(g)	收率(%)	盐酸麻黄碱含量(mg)
100	12.2	12.2	487
1000	125	12.5	4750
1500	180	12.0	7300

结果证明,其出膏率及盐酸麻黄碱含量符合要求。

### 3 结果与讨论

3.1 经多次试验验证得出,按优选工艺进行提取得到浸膏,浓缩至相对密度为1.20~1.25(40℃)时,加乙醇醇沉使浓度为70%,静置过夜,滤过,滤液浓缩、配液分装即可。所得成品经初步稳定性试验证明,产品质量稳定。

3.2 样品提取条件的选择 根据中国药典2000版麻黄项下的提取方法,样品用氨水碱化后,以乙醚萃取3次,乙醚提取过的母液层,经过薄层试验观察到样品中仍有未提尽的盐酸麻黄碱成分,增加萃取次数到5次,其斑点消失。证明5次可萃取完全。

3.3 供试品制备时需尽可能的避免高温加热,以防盐酸麻黄碱的挥发损失,经试验摸索,浓缩样品温度以60~70℃为宜。

#### 参考文献:

- [1] 北方,楼之岑,秦波主.常用中药材品种整理和质量研究.第一册[M].北京:北京医科大学,中国协和医科大学联合出版社,1995.102.
- [2] 中华人民共和国药典.一部[S].广州:广东科技出版社,1995.285-286.
- [3] 陈于正.鱼腥草注射液处方与工艺研究[J].中成药,1991,13(8):2-3.
- [4] 申庆亮,唐启令,苗元峰,等.用正交设计法研究复方当归口服液的制备工艺[J].中国实验方剂学杂志,1999,5(4):7-8.