

咳喘平片提取工艺的实验研究

王 威, 闫喜英, 曹海龙*, 刘继华, 王永奇(吉林省中医中药研究院, 长春 130021)

摘要: 采用正交试验法对咳喘平片提取工艺进行优选, 以总黄酮和总生物碱含量为指标, 以加水量、提取时间、提取次数和醇沉浓度为因子进行试验。结果表明, 咳喘平片最佳提取工艺为药材 12 倍量水提取 3 次, 每次 2h, 醇沉浓度为 80%。

关键词: 咳喘平片; 正交试验; 总黄酮; 总生物碱

中图分类号: R283.6 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2000)01-0005-03

Studies on Preparation Procedure for Kechuanping Tablets

WANG Wei, YAN Xi-ying, CAO Hai-long, LIU Ji-hua, WANG Yong-qi

(Academy of TCM and Materia Medica of Jilin Province, Changchun 130021)

Abstract: Using the contents of total flavones and alkaloids as indexes, water-adding amount, decocting time, extracting time, alcohol-precipitation concentration as factors, the preparation procedure for Kechuanping tablets was studied by orthogonal test. As a result, the optimum preparation procedure for Kechuanping tablets is 12 times of water-adding amount, 2 hours of decocting time, 3 times of extracting time and 80% of alcohol-precipitation concentration.

Key words: Kechuanping tablets; orthogonal test; total flavones; total alkaloids

咳喘平片由射干、紫菀等 12 味中药配伍组成。具有清热化痰, 止咳平喘之功能, 用于慢性支气管炎急性发作的治疗。为建立科学合理的提取工艺, 我们采用正交试验考察了不同加水量、提取时间、提取次数和醇沉浓度对总黄酮和总生物碱含量的影响, 优选出咳喘平片最佳提取工艺条件。现报告如下。

1 仪器与材料

UV-3400 型紫外分光光度计, 日本日立公司; 752 型紫外光栅分光光度计, 上海第三分析仪器厂。药材购于吉林省医药物资供销公司; 芦丁、盐酸麻黄碱对照品由中国药品生物制品检定所提供; 0.1% 溴麝香草酚蓝溶液: 称取无水碳酸钠 0.10g, 加适量水使溶

* 延边大学药学院九五级实习生

解,加入溴麝香草酚蓝 0.10g,加水使溶解并稀释至 100ml,摇匀;柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液:按文献^[1]配制, pH= 6.0;化学试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 样品的提取 称取处方比例的咳喘平片药材,按表 1 条件进行提取,醇沉,回收乙醇至尽,加水溶解定容于 50ml 容量瓶中,摇匀,作为样品溶液。

2.2 总黄酮的测定 精密量取样品溶液 5ml,置于 100ml 容量瓶中,加 60% 乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。精密量取供试品溶液 0.5ml,置于 10ml 刻度试管中,加 30% 乙醇稀释至 5ml,加入 5% NaNO₂ 溶液 0.3ml,摇匀,放置 6min,加入 10% Al(NO₃)₃ 溶液 0.3ml,摇匀,放置 6min,加入 1mol/L NaOH 溶液 4ml,加水稀释至 10ml,摇匀,放置 15min。以 60% 乙醇代替供试品溶液作空白,于 510nm 波长处测定吸收度。

2.3 总生物碱的测定 精密量取样品溶液 2ml,置于 25ml 容量瓶中,加水稀释至刻度,

摇匀,作为供试品溶液。精密量取供试品溶液 1ml,置于 25ml 分液漏斗中,加入 pH= 6.0 柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液 10ml,加入 0.1% 溴麝香草酚蓝溶液 1ml,加入氯仿 10ml,充分振摇后分取氯仿层。以水代替供试品溶液作空白,于 420nm 波长处测定吸收度。

2.4 正交试验与结果 根据预试验结果,选出加水量、提取时间、提取次数和醇沉浓度 4 个试验因素,每个因素 3 个水平进行优选,因素水平见表 1。

表 1 因素水平表

| 因素 | A | B | C | D |
|----|-----|------|------|------|
| | 加水量 | 提取时间 | 提取次数 | 醇沉浓度 |
| 水平 | (倍) | (h) | (次) | (%) |
| 1 | 8 | 3 | 1 | 90 |
| 2 | 10 | 2 | 2 | 80 |
| 3 | 12 | 1 | 3 | 70 |

以总黄酮和总生物碱含量为指标,选用 L⁹(3⁴) 正交试验表试验,结果见表 2。

表 2 正交试验结果表(吸收度 A× 100)

| 试验号 | A | B | C | D | 总黄酮 | | | | 总生物碱 | | | |
|-----|---|---|---|---|------|------|------|-------|------|------|------|-------|
| | | | | | x | 小计 | x | 小计 | x | 小计 | | |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 40.6 | 39.1 | 37.8 | 117.5 | 47.7 | 46.4 | 46.0 | 140.1 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 | 66.6 | 64.5 | 59.6 | 190.7 | 73.8 | 73.6 | 73.3 | 220.7 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 | 74.2 | 73.0 | 70.1 | 217.3 | 70.0 | 68.3 | 67.2 | 205.5 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 | 63.1 | 59.5 | 57.6 | 180.2 | 71.8 | 71.1 | 69.8 | 212.7 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 | 72.9 | 70.0 | 67.6 | 210.5 | 73.6 | 73.3 | 73.1 | 220.0 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 | 44.8 | 42.4 | 40.7 | 127.9 | 59.0 | 56.8 | 55.6 | 171.4 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 2 | 76.2 | 74.6 | 71.9 | 222.7 | 78.2 | 76.8 | 76.6 | 231.6 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 3 | 49.3 | 47.6 | 45.8 | 142.7 | 56.0 | 53.0 | 52.3 | 161.3 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 | 65.0 | 62.8 | 56.5 | 184.3 | 74.9 | 74.1 | 74.0 | 223.0 |

分别对有关数据作极差分析和方差分析,结果见表 3、4、5。从总黄酮和总生物碱含量数据极差分析看,各因素对咳喘平片提取工艺的影响程度均依次为 C> A> D> B。从总黄酮含量数据方差分析看,C 因素对其有

非常显著性影响;从总生物碱含量数据方差分析看,A、C、D 因素对其均有显著性影响。因而优选出咳喘平片理论最佳提取工艺为 A₃B₂C₃D₂,即药材 12 倍量水提取 3 次,每次 2hr,醇沉浓度为 80%。

表3 极差分析表

| 试验号 | A | B | C | D | |
|--------|----------------|-------|-------|-------|-------|
| 总黄酮含量 | K ₁ | 525.5 | 520.4 | 388.1 | 512.3 |
| | K ₂ | 518.6 | 543.9 | 555.2 | 541.3 |
| | K ₃ | 549.7 | 529.5 | 650.5 | 540.2 |
| | R | 3.5 | 2.6 | 29.2 | 3.2 |
| 总生物碱含量 | K ₁ | 566.3 | 584.4 | 472.8 | 583.1 |
| | K ₂ | 604.1 | 602.0 | 656.4 | 623.7 |
| | K ₃ | 615.9 | 599.9 | 657.1 | 579.5 |
| | R | 5.5 | 2.0 | 20.5 | 4.9 |

表4 总黄酮含量方差分析表

| 来源 | 平方和 | 自由度 | 方差 | F值 | P值 |
|----|---------|-----|---------|--------|--------|
| A | 59.28 | 2 | 29.64 | 4.07 | < 0.05 |
| B | 31.20 | 2 | 15.60 | 2.14 | > 0.05 |
| C | 3920.68 | 2 | 1960.34 | 268.91 | < 0.01 |
| D | 60.03 | 2 | 30.02 | 4.12 | < 0.05 |
| 误差 | 131.29 | 18 | 7.29 | | |

表5 总生物碱含量方差分析表

| 来源 | 平方和 | 自由度 | 方差 | F值 | P值 |
|----|---------|-----|---------|--------|--------|
| A | 149.20 | 2 | 74.60 | 56.95 | < 0.01 |
| B | 20.54 | 2 | 10.27 | 7.84 | < 0.01 |
| C | 2506.52 | 2 | 1253.26 | 956.69 | < 0.01 |
| D | 133.89 | 2 | 66.95 | 51.11 | < 0.01 |
| 误差 | 23.54 | 18 | 1.31 | | |

$$F_{1-0.05(2,18)} = 3.55; F_{1-0.01(2,18)} = 6.01$$

参考文献:

- [1] 中国科学院上海药物所. 中草药有效成分提取与分离[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1983. 448

(收稿日期: 1999-03-29)