

# 健肤止痒浴液提取工艺的研究

湖南省药品检验所(长沙 410001) 李瑞莲\* 苏健俊

**摘要** 用正交试验法,选用  $L_9(3^4)$  正交表安排实验,对健肤止痒浴液中药材有效成分提取的影响因素及生产工艺条件进行了考察和优选。

**关键词** 健肤止痒浴液 正交试验法 工艺研究

健肤止痒浴液由人参、薏苡仁、麦冬等中药材提取液与表面活性剂组成,具有养血润肤、祛风止痒的功效,用于皮肤瘙痒症(痒风)。为选择最佳工艺条件,本文对制剂中人参及薏苡仁、麦冬等药材分别采用  $L_9(3^4)$  正交表进行实验研究,结果比较满意。

## 1 实验材料

中药材市售;人参皂甙  $R_{g_1}$  (中国药品生物制品检定所提供),试剂均为分析纯。

## 2 人参提取工艺条件的优选

人参含有人参皂甙类成分,且在乙醇中溶解度大<sup>[1,2]</sup>,因此将人参切片,加乙醇回流提取,以提取时间、乙醇浓度及用量为考查因素,人参皂甙含量为测定指标,进行正交试验,从而确定人参提取的最佳工艺。

表 1 影响工艺的因素水平表

因素 水平	A (提取时间, h)		B (乙醇浓度, %)	C (乙醇用量, 倍)	
1	2.0	1.5	75	8	6
2	1.5	1.0	65	6	4
3	1.0	0.5	55	4	4

注:乙醇用量的倍数以被提取药材的总重量计。

人参总皂甙含量的测定:精密称取经五氧化二磷干燥至恒重的人参皂甙  $R_{g_1}$  对照品适量,加甲醇制成每 1mL 中含 4mg 的溶液,作为对照品溶液。精密吸取对照品溶液 0、10、15、20、25、30 $\mu$ L,分别置具塞试管中,置水浴中蒸去甲醇,各精密加 5% 香草醛冰醋酸溶液 0.2mL 及高氯酸 0.8mL,混匀,密

塞,置 60 $^{\circ}$ C 水浴中加热 15min,立即用流水冷却,各精密加冰醋酸 5mL,摇匀,以前一份为空白,照分光光度法(中国药典 1995 年版一部附录 V),在 550nm 波长处测定吸收度,以吸收度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。再精密量取一定量的人参提取液,置水浴上蒸干,以下按标准曲线制备中“各精密加 5% 香草醛冰醋酸溶液……”依法测定其吸收度,从标准曲线上读出供试品溶液中人参皂甙  $R_{g_1}$  的重量(mg),计算。结果见表 2。

表 2 正交试验表及结果

因素 列号	A	B	C	D	含量(mg/mL) (以 $R_{g_1}$ 计)
1	1	1	1	1	16.92
2	1	2	2	2	7.58
3	1	3	3	3	5.67
4	2	1	2	3	7.94
5	2	2	3	1	7.27
6	2	3	1	2	10.85
7	3	1	3	2	7.22
8	3	2	1	3	13.93
9	3	3	2	1	6.82
$I_j$	30.17	32.08	41.70	31.01	
$II_j$	26.06	28.78	22.34	25.65	
$III_j$	27.97	23.34	20.16	27.54	
$I_j^2$	910.23	1029.13	1738.89	961.62	
$II_j^2$	679.12	828.29	499.08	657.92	
$III_j^2$	782.32	544.76	406.43	758.45	
$R_j$	2371.67	2402.18	2644.40	2377.99	
$S_j$	2.82	12.99	93.73	4.92	

$$G = \sum_{i=1}^9 Y_i = 84.2$$

$$GT = -787.7$$

\* Address: Li Ruilian, Hunan Provincial Institute for Drug Control, Changsha

经方差分析,结果见表 3。

表 3 方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	均方和	F 值	显著性
A	2.82	2	1.41	0.57	
B	12.99	2	6.50	2.54	
C	93.73	2	46.86	19.05	**
误差 E	4.92	2	2.46		

$$F_{1-0.05}(2,2)=19.00 \quad F_{1-0.10}(2,2)=9.00$$

$$F_{1-0.01}(2,6)=10.90$$

方差分析表明,影响工艺因素的主次为 C→B→A,因素 C 具有高度显著性,因素 B 次之,因素 A 不具显著性。由表 2 可见,最佳工艺为 A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>C<sub>1</sub>,因素 A 对试验结果基本无影响,为了节约能源和时间,制备工艺采用 A<sub>3</sub>,即第 1 次加 8 倍量 75% 的乙醇提取 1h,第 2 次加 6 倍量 75% 乙醇提取 0.5h。

### 3 薏苡仁及麦冬等药材提取工艺条件的优选

采用传统的水煮醇沉方法,对薏苡仁、麦冬等药材及上述人参药渣的提取工艺进行优选,以煎煮时间、溶剂用量、醇沉浓度为考查因素,以出膏率、正丁醇提取物为考查指标,选用 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交表进行试验,从而确定以上药味的最佳工艺。

表 4 影响工艺的因素水平表

因素水平	A (提取时间, h)		B (水用量, 倍)		C (醇沉浓度, %)
1	1.5	0.5	8	6	70
2	1.0	0.5	6	4	60
3	0.5	0.5	4	4	50

3.1 出膏率:按工艺提取,精密吸取醇沉后的上清液 10mL 置已恒重的蒸发皿中,置水浴上蒸干,105℃干燥 3h,取出,迅速移入干燥器中冷却 30min,精密称定,所得干膏的量与投入药材量之比,即得。

3.2 正丁醇提取物:精密吸取醇沉后的上清液 20mL,置水浴上蒸干,加水 20mL 使溶解,加以水饱和的正丁醇振摇提取 4 次(20,

20,10,10mL),合并正丁醇液,用以正丁醇饱和的水洗 2 次,每次 10mL,正丁醇液置已恒重的蒸发皿中,置水浴上蒸干,105℃干燥 3h,迅速移入干燥器中冷却 30min,精密称定,提取物重量与投入药材量之比,即得。

经按正交表进行试验,结果见表 5。

表 5 正交试验表及结果

因素列号	A	B	C	D	结果		合计 Yi
					出膏率 (%)	提取物 (mg/g)	
1	1	1	1	1	10.16	12.3	22.46
2	1	2	2	2	11.08	11.8	22.88
3	1	3	3	3	8.04	13.0	21.04
4	2	1	2	3	10.46	12.0	22.46
5	2	2	3	1	10.04	12.5	22.54
6	2	3	1	2	9.44	12.6	22.04
7	3	1	3	2	12.05	13.8	25.85
8	3	2	1	3	9.27	12.5	21.77
9	3	3	2	1	6.52	13.0	21.52
I <sub>1</sub>	66.38	70.77	66.27	66.52			
II <sub>1</sub>	67.04	67.19	66.86	70.77			
III <sub>1</sub>	69.14	64.60	69.43	65.27			
I <sub>1</sub> <sup>2</sup>	4406.30	5008.39	4391.71	4424.91			
II <sub>1</sub> <sup>2</sup>	4494.36	4514.49	4470.25	5008.39			
III <sub>1</sub> <sup>2</sup>	4780.34	173.16	4820.52	4260.17			
R <sub>1</sub>	13681.0	1369.0	13682.5	13693.5			
S <sub>1</sub>	0.69	3.19	0.93	2.77			

$G = \sum_{i=1}^9 Y_i = 202.56$   
 $G^2 = 2279.48$   
 18

经方差分析,结果见表 6。

表 6 方差分析表

方差	离差平方和	自由度	均方和	F 值	显著性
A	0.69	2	0.35	1.40	
B	3.19	2	1.60	6.40	*
C	0.93	2	0.46	1.84	
误差 E	2.77	11	0.25		

$$F_{1-0.05}(2,11)=3.98 \quad F_{1-0.10}(2,11)=2.86$$

$$F_{1-0.01}(2,6)=10.90$$

方差分析表明,影响工艺因素的主次为 C→B→A,因素 B 显著,因素 C 与 A 均不具显著性。由表 5 可见,最佳工艺为 A<sub>3</sub>B<sub>1</sub>C<sub>3</sub>,即第一次加 8 倍量水,第二次加 6 倍量水煎煮,每次 0.5h,以含醇量为 50% 进行醇沉。

(下转第 738 页)

治疗组治疗 1 个疗程显效 21 例占 67.7%，有效 8 例占 25.8%，无效 2 例占 6.5%，总有效率达 93.5%。对照组治疗 1 个疗程显效 4 例占 12.9%，有效 6 例占 19.3%，无效 21 例占 67.7%，总有效率 32.2%，两组显效率总有效率比较差异非常显著 ( $P < 0.01$ )，其中

治疗组中治疗前和治疗后 HDL<sub>2</sub>、APO-A 分别上升 15% 和 0.7%，APO-B 下降 5%，治疗组明显优于对照组 (见表 2。)

4.2 对血脂诸项的影响：两组治疗前后血脂的比较，结果见表 2。

表 2 两组治疗前后血脂的比较 ( $\bar{x} \pm s$ ) (mmol/L)

组别		TC	TG	HDL <sub>2</sub> -C	APO-A	APO-B
治疗组	治前	6.18 ± 0.76	2.83 ± 0.87	0.45 ± 0.12	1.26 ± 0.21	0.98 ± 0.07
	治后	5.37 ± 0.53 * *	1.86 ± 0.61 * *	0.53 ± 0.08 *	1.27 ± 0.11	0.92 ± 0.09
对照组	治前	6.20 ± 0.98	2.38 ± 0.28	0.49 ± 0.10	1.30 ± 0.08	0.87 ± 0.06
	治后	6.96 ± 0.36	2.41 ± 0.42	0.46 ± 0.07	1.28 ± 0.06	0.84 ± 0.11

治疗组治疗前后对比 \*  $P < 0.05$ , \*\*  $P < 0.01$

高脂血症是临床难治之症，且许多降脂药其疗效不稳定。西红花甙在降低 TC、TG 和 APO-B 和升高 HDL<sub>2</sub>-C 及 APO-A 方面均有明显作用，治疗前后各项指标比较有显著性差异，其中 TC、TG 尤为明显。

4.3 副作用：治疗前后的三大常规，肝肾功能、血糖、电解质未见异常改变。心电图除 ST-T 改变患者有回复趋势 (另作统计) 外，无其它特殊改变，也无头晕、胸闷、恶心、腹泻出现或加重，无任何毒副作用。由于仅使用 1 个疗程的总结，我科目前正在临床进一步使用，以观察其远期疗效。

## 5 讨论

中老年高脂血症是以痰浊、水湿、血瘀，

郁滞为基础<sup>[1]</sup>，根据这一病理基础，我们采用活血化瘀中药，西红花精炼成西红花甙予活血化瘀通络，改善微循环，降低胆固醇和甘油三脂及 APO-B，升高 HDL<sub>2</sub>-C 及 APO-A，与其它许多调脂药相比，西红花甙不仅有相同甚至疗效更好的调脂效果，且不同于大多数调脂药物具有的不同程度的消化道反应及肝功能损害等副作用。结果表明，它无任何毒副作用，其作用机理正在进一步研究探索之中<sup>[2]</sup>。

### 参考文献

- 1 施杞总，等总编. 现代中医药应用与研究大系. (老年病科) 第 15 卷. 上海中医药大学出版
- 2 王 巍，等. 中国中西医结合杂志, 1994, 14(10): 625

(1996-12-20 收稿)

(上接第 728 页)

## 4 小结

研究表明：

a) 采用多项物理化学指标评价优选工艺，结果比较理想。

b) 本品分两部分提取，避免了方中有效成分的损失，且提取方法简便。

### 参考文献

- 1 任仁安，等. 中药鉴定学. 上海：上海科学技术出版社，1986
- 2 国家医药管理局中草药情报中心编. 植物有效成分手册，北京：人民卫生出版社，1986

(1996-09-03 收稿)