

肝福片的提取工艺研究

潘洪斌

(深圳市南山人民医院, 广东 深圳 518052)

摘要:目的 筛选肝福片的水提取工艺。方法 采用 $L_9(3^4)$ 正交设计进行水煎煮工艺筛选, 同时采用 HPLC 法定量黄芩苷。结果 最佳水提取工艺为加 10 倍量水, 煎煮提取 3 次, 每次 90 min。结论 筛选的水煎煮条件合理, 便于生产使用。

关键词: 肝福片; 水提工艺; 正交设计; 黄芩苷

中图分类号: R284.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2005)06-0853-02

Extraction process of Ganfu Tablets

PAN Hong-bin

(Shenzhen Nanshan People's Hospital, Shenzhen 518052, China)

Key words: Ganfu Tablets; extraction process by water; orthogonal test; baicalin

肝福片是由《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 9 册收录的肝福颗粒改变剂型而得, 由板蓝根、柴胡、黄芩、金线草、五仁醇浸膏等 8 味中药组成, 具有清热、利湿、舒肝、理气功能, 用于急性黄疸型肝炎, 慢性肝炎活动期, 急、慢性胆囊炎。方中黄芩为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根。从黄芩中已发现 41 种黄酮类化合物, 其中黄芩苷和汉黄芩苷为黄芩的特征化学成分, 该类成分溶于热水、乙醇, 不溶于温水和冷水。因此, 本研究报道采用正交设计筛选肝福片的较佳水提取工艺方法。

1 仪器与试药

Agilent 1100 高效液相色谱仪; Mettler AE240 十万分之一分析天平。黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所, 供含量测定用, 批号 715-200211)。试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 筛选因素水平: 水煎煮过程中可能影响的因素有煎煮次数(A)、加水量(B)、煎煮时间(C), 以所得浸膏量和黄芩苷为考核指标, 按 4 因素 3 水平进行正交试验, 因素水平见表 1。

2.2 黄芩苷的测定: 按《中华人民共和国药典》2000 版一部“黄芩”药材项下方法。

2.2.1 色谱条件与系统适应性试验^[1]: 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 Hypersil C_{18} 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水 (50 : 50, 用磷酸

表 1 煎煮工艺因素与水平

Table 1 Factors and levels

水平	因素		
	A/次	B/倍	C/h
1	1	8	0.5
2	2	10	1.0
3	3	12	1.5

调 pH 3); 检测波长: 280 nm; 体积流量: 1.0 mL/min。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 2 500。

2.2.2 对照品溶液的制备: 精密称取黄芩苷对照品适量, 加甲醇制成 60 μg/mL 的溶液, 即得。

2.2.3 供试品溶液的制备: 取本品干浸膏, 碾碎, 精密称取 1 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 100 mL, 称定质量, 超声处理, 放置至室温, 再称定质量, 补足减失的质量, 滤过, 精密吸取续滤液 5 mL 置 50 mL 量瓶中加入甲醇至刻度, 经 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.2.4 测定法: 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20 μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

2.3 水提取工艺正交试验安排及结果: 按试验设计, 每次提取时药材量均为板蓝根、柴胡、黄芩、金线草、五仁醇浸膏等 8 味中药的处方量, 见表 2。方差分析见表 3。

极差分析可见, 煎煮次数(A)是主要影响因素, B、C 为次要因素。方差分析显示, A 因素对黄芩苷得率有显著性影响; 且黄芩苷得率指标中 A_3 大于 A_2 和 A_1 , 结合 R 值分析, 故因素 A 优选 A_3 水平。B

表 2 正交试验设计及结果

Table 2 Design and results of orthogonal test

试验号	A	B	C	D	黄芩苷/(mg·g ⁻¹)
1	1	1	1	1	3.1
2	1	2	2	2	4.5
3	1	3	3	3	5.4
4	2	1	2	3	4.8
5	2	2	3	1	6.7
6	2	3	1	2	5.5
7	3	1	3	2	6.7
8	3	2	1	3	6.9
9	3	3	2	1	7.1
K ₁	13.0	14.6	15.5	16.9	G=50.7
K ₂	17.0	18.1	16.4	16.7	CT=G ² /9=285.61
K ₃	20.7	18.0	18.8	17.1	
R	7.7	3.5	3.3	0.4	

因素对其黄芩苷得率有影响,结合 R 值分析,故定为 B₂。因素 C 方差分析结果显示,因素 C 对黄芩苷得率有一定的影响,结合 R 值分析,故选定为 C₃。综上确定最佳工艺为 A₃B₂C₃,即 10 倍量水,煎煮提取 3 次,每次 1.5 h。

表 3 方差分析表

Table 3 Variance analysis

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F 值	显著性
A	9.9	2	4.95	330.00	P<0.01
B	2.6	2	1.30	86.67	P<0.05
C	1.9	2	0.95	63.33	
D(误差)	0.03	2	0.015		

$F_{0.05}(2,2)=19.00$ $F_{0.01}(2,2)=99.00$

3 讨论

因肝福片所含中药材较多,提取得到的浸膏量多,所以工艺中采用先用水提取后再处理方法减低浸膏量,有利于制成片剂。本实验采用正交设计方法筛选肝福片的较佳水提取工艺,以 HPLC 法测定黄芩苷确定肝福片的制备工艺,最佳工艺为 A₃B₂C₃。即 10 倍量水,煎煮提取 3 次,每次 1.5 h。

Reference:

[1] Wu W X, Lu Y H, Wang L J, et al. Comparison of baicalin content of Sanhuang Tablets [J]. *Chin Pharm Aff* (中国药事), 2001, 15(3): 215-216.

骨炎 1 号提取工艺的正交优选

杨帆^{1,2}, 李靖¹, 严寒静^{1,2}, 宋凤兰², 陈湛², 罗惠灿²

(1. 中山大学生命科学学院, 广东 广州 510275; 2. 广东药学院, 广东 广州 510224)

骨炎 1 号由淫羊藿、补骨脂、当归 3 味中药组成,具有补益肝肾、强壮筋骨、活血化瘀、通络止痛的作用,用于治疗骨关节炎。其中淫羊藿为君药,补骨脂和当归为臣药。为了探索骨炎 1 号最佳提取工艺条件,提高有效成分收率,本实验采用乙醇回流法提取,通过正交设计试验考察乙醇体积分数、乙醇用量、提取时间和提取次数对其有效成分提取的影响,拟筛选出最佳提取工艺条件,达到利于提高骨炎 1 号制剂疗效的目的。

1 仪器与试剂

LC-10AT 型高效液相色谱仪(日本岛津), SPD-10AT 型紫外-可见检测器(日本岛津),大连依利特色谱工作站(大连物理化学研究所);淫羊藿苷(批号 10737-200312)、补骨脂素(批号 110739-200310)、异补骨脂素(批号 0738-200108)对照品购于中国药品生物制品检定所;淫羊藿、补骨脂、当归

药材购于广州市药材公司,经广东药学院中药系药用植物教研室鉴定;甲醇、乙腈为色谱纯,水为双蒸水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 因素水平的选择:影响乙醇回流法提取骨炎 1 号有效成分的主要因素有乙醇用量(A)、提取次数(B)、提取时间(C)、乙醇体积分数(D),因素水平见表 1。

表 1 因素水平

Table 1 Factors and levels

水平	因素			
	A/倍	B/次	C/min	D/%
1	8	1	30	60
2	10	2	45	70
3	12	3	60	80

2.2 供试品溶液制备:称取淫羊藿粗粉 20 g、补骨脂和当归粗粉各 10 g,置圆底烧瓶中,按试验设计进

收稿日期:2004-08-07

基金项目:广东省中医药局基金资助项目(102082)

作者简介:杨帆(1966—),女,广州人,中山大学在读博士,副教授,从事药物制剂与药物分析工作。

Tel: (020) 39352125 E-mail: gzyangfan@hotmail.com