

正交试验法优选香香镇痛丸的提取工艺

李进才(广东省江门市五邑中医院、暨南大学医学院第六附属医院, 江门 529000)

摘要:目的 优选香香镇痛丸中两面针、救必应、紫苏、广藿香、佩兰以共水蒸馏法提取工艺的最佳条件。方法 运用正交试验法,以提取干浸膏量和挥发油的含量为质量控制指标,考察加水量、提取时间、提取次数3因素对干浸膏量和挥发油提取率的影响。结果 香香镇痛丸中两面针等五味药物共水蒸馏提取的最佳工艺条件为 $A_3B_3C_2$,即加水量为每次16倍、每次煎煮1.5h、煎煮2次。结论 该水提工艺科学合理,为方中五味中药材的最佳提取工艺。

关键词:香香镇痛丸;正交设计;水提工艺

香香镇痛丸由两面针、救必应、紫苏、广藿香、佩兰等八味中药组成的复方。具有理气止痛、祛风健胃、和中化湿之功,主治脘腹胀痛、胸膈痞闷、呕吐泄泄症。方中广藿香、佩兰、两面针为君药,其主要有效成分为挥发油、生物碱。

根据处方中水提部份药材含的主要有效成分为挥发油、生物碱等,其中大多数为水溶性成分和不溶于水的挥发油成分,故选择水作为溶剂,采用混煎共水蒸馏法,可提取出大多数有效成分。为了探讨香香镇痛丸的最佳水提工艺,本实验对影响有效成分提取率较大的加水量、提取时间、提取次数三个因素,每个因素各选3个水平,以水煎液中干浸膏量和测挥发油的含量为质量指标,进行正交设计。

1 材料和仪器

广藿香、佩兰等中药材,均符合《中国药典》2000版一部规定质量标准;挥发油测定仪符合《中国药典》2000年版一部挥发油测定甲法规定。

2 正交试验方法

2.1 吸水量考察

取药材总量16.2g,加水200mL,常温下放置24h,称重为27.4g,吸水量为药材的1.7倍,吸水率为69.14%。

2.2 因素水平表

为了选择试验因素,确定因素水平对工艺中加水量(A)、煎煮时间(B)、煎煮次数(C)三个因素进行考察。见表1。

表1 试验因素水平表

水平因素	A 加水倍数(倍)	B 煮提蒸馏时间(h)	C 煮提次数
1	8	0.5	1
2	12	1	2
3	16	1.5	3

2.3 正交试验的方法和数据

为保证产品质量的可控性,以反应提取质量的主要试验数据干浸膏量和测得挥发油的含量作为考察指标,选择 $L_9(3^4)$ 正交试验表安排试验,以共水蒸馏法提取,并进行极差和方差分析,结果见表2和表3。

表2 正交试验安排与试验结果

试验号	因 素				考察指标		
	A	B	C	D	干浸膏 (%)	挥发油 (*)	综合评分
1	1	1	1	1	7.47	0.12	7.59
2	1	2	2	2	15.43	0.25	15.68
3	1	3	3	3	19.14	0.43	19.57
4	2	1	2	3	16.05	0.31	16.36
5	2	2	3	1	16.67	0.43	17.10
6	2	3	1	2	11.73	0.37	12.10
7	3	1	3	2	18.21	0.31	18.52
8	3	2	1	3	13.58	0.37	13.95
9	3	3	2	1	20.06	0.56	20.62
K1	42.84	42.47	33.64	45.31			
K2	45.56	46.73	52.66	46.30			
K3	53.09	52.29	55.19	49.88			
R	10.25	9.82	21.55	4.57			

注: * 为测得挥发油的百分含量

表3 综合评分方差分析表

方差来源	离均差平方和 S	自由度 f	均方 Z	F 值	显著性
A	11.6736	2	5.8368	5.03	不显著
B	10.7147	2	5.3574	4.62	不显著
C	51.6003	2	25.8002	22.24	显著
误差 e	2.3205	2	1.1603		

表2与表3说明, $A_3 > A_2 > A_1$, $B_3 > B_2 > B_1$, $C_3 > C_2 > C_1$ 。 $R_C > R_A > R_B$ 。C因子影响最大,A、B次之。因此,取A的第3水平,取B的第3水平,取C的第3水平。最佳优选生产条件为 $A_3B_3C_3$,即加水量为每次16倍,煮提次数为3次,每次1.5h。

2.4 重现性试验

按筛选的制备工艺条件进行重现性验证试验,结果见表4,与试验结果一致。

表4 重现性试验表

编号	加水量 (倍)	煮提时间 (h)	煮提次数 (次)	干浸膏 (%)	挥发油 (%)	综合评分
1	16	1.5	3	20.37	0.56	20.93
2	16	1.5	3	20.08	0.52	20.60
3	16	1.5	3	20.12	0.57	20.69

注:为测得挥发油的百分含量

2.5 对比试验

从表 2 可知, K_{C3} 与 K_{C2} 无显著性差别, K_{C3} 与 K_{C1} 、 K_{C2} 与 K_{C1} 均有显著差别。故将优选的最佳生产条件 $A_3B_3C_3$ 与 $A_3B_3C_2$ 进行对比验证试验,结果见表 5,两种条件对比试验结果无显著差别。

表 5 $A_3B_3C_3$ 与 $A_3B_3C_2$ 对比试验表($n=3$)

编号	A	B	C	干浸膏 (%)	挥发油 (%)	综合评分
1	16	1.5	3	20.29	0.55	20.84
2	16	1.5	2	20.08	0.53	20.61

注: * 为测得挥发油的百分含量

3 讨论

正交试验结果表明,最佳提取工艺为 $A_3B_3C_3$,并按该工艺进行重现性试验,结果稳定,重现性好。但从极差分析结果 K_{C3} 与 K_{C2} 无显著差别,又拟 $A_3B_3C_2$ 与 $A_3B_3C_3$ 进行对比试验,结果无显著性差别。从制备周期、降低成本全面考虑,最终确定 $A_3B_3C_2$ 工艺为香香镇痛丸中水煮部份药材(两面针、救必应、紫苏、广藿香、佩兰)的提取工艺,即加水量为每次 16 倍、煮提 2 次,每次 1.5h。

收稿日期:2003-05-30