

正交试验法优选库乌提巴核口服液的乙醇回流提取工艺

艾合买提¹,米热古丽²,索菲娅³,艾尼瓦尔¹(1.新疆维吾尔自治区维吾尔医院,新疆 乌鲁木齐 830001; 2.新疆卫生厅职工医科大学,新疆 乌鲁木齐 830011;3.新疆大学生物系,新疆 乌鲁木齐 830046)

摘要:目的 优选维药库乌提巴核口服液的乙醇提取工艺。方法 以人参皂苷 Re 的含量为指标,采用 L₉(3⁴)正交实验设计优选维药库乌提巴核口服液的最佳提取工艺条件。结果 优选得到的最佳提取工艺为 A₂B₁C₂,即用 60%乙醇 6 倍量回流提取 2 次、每次 2h。结论 优选得到的工艺稳定可行。
关键词:维药库乌提巴核口服液; 人参皂苷 Re; 提取工艺

维药库乌提巴核口服液是维吾尔医古方库乌提巴核蜜膏的基础上改变剂型加减而成的纯天然制剂,由淫羊藿、人参、鹿茸、欧白芨、欧玉竹等 16 味名贵药材组成。根据维吾尔医药理论,该制剂具有降低偏盛的湿寒和过盛的黏液质、祛寒壮阳、燥湿强筋、增强精力、补脑固精、填补精液、补肾壮阳之功能,在临床上用于阳痿(湿寒性、黏液质性、精神性、营养性、肾虚性),男性性功能障碍,性欲减退,精液稀少,早泄等病症^[1]。因此本实验采用 L₉(3⁴)正交实验设计,以人参皂苷 Re^[2]的含量为指标,优选该口服液的最佳提取工艺条件。

1 仪器、试剂与药品

1.1 仪器

LC-9A 高效液相色谱仪(日本岛津公司);SPD-6AV 紫外检测;C-R4A 数据处理机(日本岛津公司)。

1.2 试剂与药品

人参皂苷 Re 对照品(中国生物制品检定所,批:0754-9911);乙晴(色谱醇);磷酸、甲醇等均为分析纯;人参、欧白芨等试验药材(新疆维吾尔自治区维吾尔医医院制剂中心)。

2 方法与结果

2.1 样品的提取

分别称取处方中的人参等 6 味药材粉碎成粗粉,称 1/4 处方量,按表 1、表 2 所选择的因素和水平进行回流提取、合并提取液、过滤、滤液回收乙醇,并浓缩至 200mL 即得

2.2 供试品溶液的制备

精密吸取样品浓缩液 20mL 置分液漏斗中、加入乙醚萃取两次、每次 30mL、弃去乙醚层,用水饱和的正丁醇萃取三次、体积依次为 30、20、20mL,合并正丁醇层水浴上蒸干、残渣用甲醇溶解并定溶至 10mL 量瓶中、静置过夜、取上清液作为供试品溶液。

2.3 人参皂苷 Re 的含量测定^[2]

2.3.1 色谱条件 色谱柱:Skim-park ODS-C₁₈ 柱(5μm, 4.6mm×150mm);流动相:乙晴-0.05%磷酸溶液(24:76);流速:1.0mL·min⁻¹;检测波长:203nm;柱温:室温。

2.3.2 人参皂苷 Re 对照品溶液的制备:精密称取对照品加甲醇配制浓度为 0.152mg·mL⁻¹ 即得。

2.3.3 样品含量测定:精密吸取上述对照品溶液和供试品溶液各 10μL 注入 HPLC,外标法测定,以峰面积计算含量。

2.4 正交实验结果

2.4.1 所考察的因素和水平:根据初步预试验结果,拟定 3

种因素,每种因素选择 3 个水平,利用 L₉(3⁴)正交实验设计进行实验。因素水平安排见表 1。

表 1 考察的实验因素和水平

水平	因素		
	A 乙醇浓度 (%)	B 乙醇用量 (倍)	C 回流提取总时间 (h)
1	40	6	2(2 次、每次 1 h)
2	60	9	4(2 次、每次 2 h)
3	80	12	6(2 次、每次 3 h)

2.4.2 实验结果:根据因素水平表选用 L₉(3⁴)正交设计表安排实验,优选维药库乌提巴核口服液的提取工艺结果见表 3。

表 2 L₉(3⁴)正交设计试验优选提取工艺结果

试验号	因素及水平				试验结果
	A (%)	B (倍)	C (h)	D (误差)	人参皂苷 Re 的含量 / mg·mL ⁻¹
1	1	1	1	1	0.015
2	1	2	2	2	0.014
3	1	3	3	3	0.016
4	2	1	2	3	0.057
5	2	2	3	1	0.078
6	2	3	1	2	0.071
7	3	1	3	2	0.064
8	3	2	1	3	0.057
9	3	3	2	1	0.059
K ₁	0.045	0.136	0.143	0.152	
K ₂	0.206	0.149	0.130	0.149	
K ₃	0.180	0.146	0.158	0.130	
K _{1/3}	0.150	0.045	0.048		
K _{2/3}	0.069	0.050	0.043		
K _{3/3}	0.060	0.049	0.053		
R	0.054	0.005	0.010		
S	0.0050	0.0001	0.0002	0.0001	

表 3 方差分析表

方差来源	离差平方和	自由度	F	P 显著性
A	0.005	2	50	<0.05
B	0.0001	2	1	>0.1
C	0.0002	2	2	>0.1
D(误差)	0.0001	2		

注:F_{1-0.01(2,2)}=99;F_{1-0.05(2,2)}=19;F_{1-0.10(2,2)}=9.0

3 讨论

从表 2、表 3 中可以看出,对人参皂苷 Re 的含量影响因

素主次顺序为 $A > C > B$, 其中 A 因素对试验结果在统计上极显著影响 ($P < 0.05$), 由于 $K_2 > K_3 > K_1$, 故选 A_2 好; B、C 两因素对试验结果在统计上无影响 ($P > 0.1$), 故选 B、C 两因素选择哪个水平都可以, 但结合实际情况, 选择为 $B_1 C_2$ 较合适。因此优选得到的最佳乙醇回流提取工艺为 $A_2 B_1 C_2$, 即用 60% 乙醇 6 倍量回流提取 2 次、每次 2h。

参考文献

- [1] 艾合买提, 欧吾丽汗, 斯拉甫. 维吾尔药剂型研究进展[J]. 中国民族民间医药杂志, 2000, 12(47)325.
- [2] 中华人民共和国药典. 北京: 化学工业出版社, 2000, 6.

收稿日期: 2003-05-30