

妇宁颗粒提取工艺的研究

闵炜,潘观根,吴丽红(杭州天诚药业有限公司,浙江 杭州 311231)

摘要:目的 优选妇宁颗粒的提取工艺。方法 以芍药苷浸出量为评价指标,采用正交试验法对妇宁颗粒的提取工艺进行优选。结果 提取条件确定为加水浸泡 0.5h,提取 2次,加水量分别为 10倍、8倍,提取时间分别为 3、2h。结论 试验结果为确定妇宁颗粒的提取工艺提供了实验依据。

关键词:妇宁颗粒;提取工艺;正交设计;芍药苷

中图分类号: R284.2 文献标识码: A 文章编号: 1007-7693(2006)05-0365-02

Study on extraction process of Funing granules

MIN Wei, PAN Guan-gen, WU Li-hong(*Hangzhou Tiancheng Pharmaceutical Co., Ltd., Hangzhou 311231, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To optimize the extraction process of Funing granules. **METHODS** The orthogonal design was used to select the optimum extraction of Funing granules according to amounts of paeoniflorin. **RESULTS** The optimized extraction process was that the medicinal materials was macerated with water for 0.5h and extracted twice with 12 and 10 times of water for 3h and 2h respectively. **CONCLUSION** The experiment result provided the basis for the ascertainment of extraction process of Funing granules.

KEY WORDS: Funing granules; extraction; orthogonal design; paeoniflorin

妇宁颗粒是由益母草、当归、白芍等 21 味中药组成^[1]。临床用于月经不调、腰腹疼痛、赤白带下、精神倦怠、饮食减少等症。笔者以芍药苷浸出量为评价指标,对其提取工艺进行了研究。

1 仪器与材料

LC-10AD 型高效液相色谱仪, SPD-10A 型检测器(日本岛津公司); RD200 型十万分之一电子天平(德国赛多利斯公司); 芍药苷对照品(浙江省药品检验所提供, 纯度 100%);

乙腈为色谱纯;水为重蒸馏水;其他试剂均为分析纯;中药材均购自广东省汕头市欣欣医药公司,并经本公司主管中药师童列波鉴定。

2 方法及结果

2.1 浸膏制法

按处方取 21 味中药共 2225g(其中白芍 93g),除阿胶外其余 20 味照正交试验设计表(表 2)的安排加水浸泡后煎煮两次,其中沉香、香附、紫苏叶于水沸时加入。合并煎液,滤

作者简介:闵炜(1968-),男,浙江安吉人,主管药师,在职研究生,电话:0571-22811213, E-mail: minwei68@sohu.com

过,将阿胶加热溶化后加入上述滤液中,滤液浓缩至相对密度为 1.26~1.30(55℃)的浸膏。

2.2 试验设计

选择浸泡时间、加水量、提取时间作为考察因素,每个因素 3 个水平,以芍药苷浸出量为评价指标,用 $L_9(3^4)$ 正交表安排试验,所选因素水平见表 1。

表 1 因素水平表

Tab 1 List of factors and levels

因素水平	A	B	C
	浸泡时间 (h)	加水量 (倍)	提取时间 (h)
1	0.5	8,6	2.0,1.0
2	1.0	10,8	2.5,1.5
3	1.5	12,10	3.0,2.0

2.3 芍药苷含量的测定^[2]

色谱条件:HyPer(ODS) C_{18} (250mm × 4.6mm) 色谱柱;乙腈-0.1%磷酸溶液(14:86)为流动相;检测波长为 230nm;

表 2 正交试验设计表及结果

Tab 2 Orthogonal design and results

因素 列号	A	B	C		浸膏重量 (g)	芍药苷含量 (mg/g)	浸出量 (mg)
1	1	1	1	1	365	0.880	321.2
2	1	2	2	2	399	1.091	435.3
3	1	3	3	3	424	1.115	472.8
4	2	1	2	3	384	1.008	387.1
5	2	2	3	1	422	1.100	464.2
6	2	3	1	2	375	0.953	357.4
7	3	1	3	2	402	1.066	428.5
8	3	2	1	3	383	0.980	375.3
9	3	3	2	1	420	1.113	467.5
K1	1229.3	1136.8	1053.9	1252.9			
K2	1208.7	1274.8	1289.9	1221.2		G = 3709.3	
K3	1271.3	1297.7	1365.5	1235.2		G ² = 13758906	
R	62.6	160.9	311.6			CT = 1528767.4	
SSj	678.57	5050.8	17611.77	168.24			

对表 2 进行数据处理,以芍药苷浸出量为评价指标,经方差分析表明各因素的影响次序为 C > B > A;因素 B(加水量)、C(提取时间)对芍药苷浸出量有显著性的影响,B、C 的不同水平的影响次序为 B₃ > B₂ > B₁, C₃ > C₂ > C₁。方差分析结果见表 3。

表 3 方差分析表

Tab 3 Results of the analysis of variance

方差来源	离差平方和	自由度	方差	F值	显著性
A	678.57	2	339.28	4.03	P > 0.05
B	5050.8	2	2525.4	30.02	0.01 < P < 0.05
C	17611.77	2	8805.89	104.68	P < 0.01
误差	168.24	2	84.12		

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

Note: $F_{1-0.05}(2,2) = 19$ $F_{1-0.01}(2,2) = 99$

3 讨论

3.1 因素 B(加水量)虽然对芍药苷浸出量有显著影响,但从极差分析表明, $R(B_3 - B_2) = 22.9$ 远小于 $R(B_2 - B_1) =$

流速 0.9 mL/min。定量方法为峰面积外标法。

对照品溶液的制备:精密称取以五氧化二磷为干燥剂减压干燥 24h 的芍药苷对照品 10mg,置 50mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀;精密量取 3mL,置 25mL 量瓶中,加 14%乙腈至刻度,摇匀,即得(每 1mL 含芍药苷 24μg)。

供试品溶液的制备:取浸膏约 2g,精密称定,水浴蒸干,置具塞锥形瓶中,精密加入无水乙醇 50mL,称定重量,超声处理 1h,放冷,再称定重量,用无水乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25mL,蒸干,残渣加 14%乙腈溶解并转移至 25mL 量瓶中,加 14%乙腈至刻度,摇匀,即得。

测定方法:精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μL,注入液相色谱仪,测定,即得。

2.4 试验结果

精密称取浸膏适量,按前述方法测定芍药苷的含量,并根据浸膏的重量,计算芍药苷的浸出量,结果见表 2。

138,考虑到生产效率的原因,可采用 B₂ 条件进行提取,表 4 是 A₁B₃C₃ 和 A₁B₂C₃ 两种工艺条件的比较。

表 4 两种工艺条件重复试验结果

Tab 4 Results of reproducibility test at two conditions

工艺条件	芍药苷浸出量 (mg)					平均	RSD (%)
A ₁ B ₃ C ₃	472.8	468.1	452.2	480.2	463.0	467.26	2.25
A ₁ B ₂ C ₃	456.5	445.6	468.5	454.4	465.2	458.04	1.99

3.2 正交试验法用于提取工艺优选能使各影响因素水平整齐可比,实验结果准确直观,数据便于统计分析^[3]。

参考文献

- [1] WS₃-046(Z-001)-2003(Z). 妇宁颗粒质量标准[S].
- [2] 蓝煜. 高效液相色谱法测定独活寄生丸中芍药苷的含量[J]. 中成药, 1994, 16(8): 15.
- [3] 刘明芝. 中药药统计学[M]. 长沙: 湖南科技出版社, 1996, 287.

收稿日期: 2005-06-31