

复方参芪五味咀嚼片水提取工艺的研究

史国兵¹ 赵明宏¹ 孙学惠¹ 何静¹ 李文韬^{1,2} (1. 沈阳军区总医院药剂科 沈阳 110840; 2. 辽宁医学院)

摘要 目的: 研究复方参芪五味咀嚼片最佳水提取工艺。**方法:** 以黄芪甲苷含量为指标, 结合出膏率, 进行 $L_9(3^4)$ 正交试验, 筛选最佳工艺条件, 采用 HPLC-ELSD 法测定黄芪甲苷的含量。色谱条件: 色谱柱为 Dikma Diamonsil- C_{18} (250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m), 流动相为乙腈-水 (32:68), 蒸发光散射检测器检测, 流速为 1.0 ml $\cdot$ min⁻¹, 柱温为室温。**结果:** 最佳提取条件为 10 倍量水煎煮提取 3 次, 每次 1.5 h。**结论:** 本工艺提取完全, 且检测方法简单, 专属性强, 重复性好。

关键词 复方参芪五味咀嚼片; 黄芪甲苷; 提取工艺

中图分类号: R284.2 文献标识码: A 文章编号: 1008-049X(2011)06-0762-03

Study on Water Extraction Process of Compound Shenqi Wuwei Chewable Tablets

Shi Guobing¹, Zhao Minghong¹, Sun Xuehui¹, He Jing¹, Li Wentao^{1,2} (1. Department of Pharmacy, General Hospital of Shenyang Military District, Shenyang 110840, China; 2. Liaoning Medical University)

ABSTRACT Objective: To establish the optimal extraction process of compound Shenqi Wuwei chewable tablets. **Method:** The orthogonal design table $L_9(3^4)$ was applied to design the extraction process of compound Shenqi Wuwei chewable tablets and the content of astragaloside IV was determined by HPLC-ELSD. The content of astragaloside IV and the extraction yield of crude drugs were used as the indicators to optimize the extraction technology. Dikma Diamonsil- C_{18} (250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m) column was used. The mobile phase consisted of acetonitrile-water (32:68) with a flow rate of 1.0 ml $\cdot$ min⁻¹ at room temperature. **Result:** The optimal extraction process was as follows: decocting extraction for 3 times with 10-fold volume of water and 1.5 hours each time. **Conclusion:** The extraction is entire, and the detection methods are simple, sensitive and reproducible.

KEY WORDS Compound Shenqi Wuwei chewable tablets; Astragaloside IV; Extraction Process

复方参芪五味咀嚼片由人参、黄芪、五味子、麦冬^[1] 四味药材组成, 是具有益气养阴, 补虚扶正作用的中药制剂, 由古方生脉饮加减黄芪而成。生脉饮来源于金元时期张元素所著的《医学启源》, 具有益气滋阴、养心补肺之功效。黄芪为补气药物^[2], 现代药理研究显示, 黄芪含有多糖、胆碱、皂苷、氨基酸、甜菜碱、香豆素及黄酮等, 能增强机体抵抗力, 扩张血管 (包括冠状动脉、肾血管、全身末梢血管), 增强心肌收缩力 (尤其对衰竭的心脏作用更为明显)。在生脉饮基础上加用黄芪, 不仅能用于治疗病毒性心肌炎, 还能用于治疗冠心病和慢性心力衰竭等心血管疾病^[3]。在参考有关文献^[4-6] 的基础上, 采用正交设计法, 以黄芪甲苷为指标, 结合出膏率, 通过权重分析, 考察了溶媒用量、提取时间、提取次数对药材提取率的影响, 为确定药材的最佳水提取工艺提供初步依据。

1 仪器与试药

1.1 仪器

KQ3200 型 HPLC 专用超声清洗仪 (沈阳医疗设备厂, 150 W, 40 kHz); AEL-160 电子分析天平 (日本

互惠交易株式会社); 伊利特 P230HPLC 泵 (大连依利特分析仪器有限公司); Sedex75 蒸发光散射检测器 (大连依利特分析仪器有限公司); 恒流氮气罐。

1.2 试药

黄芪、五味子、人参、麦冬四味药材均购自安徽省健仁药业, 经沈阳药科大学孙启时教授鉴定为正品; 黄芪甲苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 110781-200613); 高效液相色谱所用试剂均为色谱纯, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

由预试验知, 影响水提取效果的因素主要是溶媒用量、提取时间、提取次数, 根据影响的主要因素进行考察, 各取 3 个水平, 进行 $L_9(3^4)$ 正交试验。筛选最佳工艺条件, 因素水平见表 1。

表 1 正交试验因素水平表

水平	因素		
	A 溶媒加入量 (倍)	B 提取时间 (h)	C 提取次数
1	8	1	1
2	10	1.5	2
3	12	2	3

基金项目: “十一五” 国家科技重大专项 (编号: 2009ZXJ09004-074)

通讯作者: 史国兵 Tel: (024)28856262 E-mail: sysgb@126.com

2.1 浸膏得率测定

按 $L_9(3^4)$ 正交表安排试验,按处方比例称取药材,共9份,依设定方案进行提取,滤过,合并滤液,浓缩至小体积,置已干燥至恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,置65℃烘箱中,干燥3h,取出,置干燥器中冷却0.5h,迅速称重,计算浸膏得率。

2.2 黄芪甲苷含量测定^[7,8]

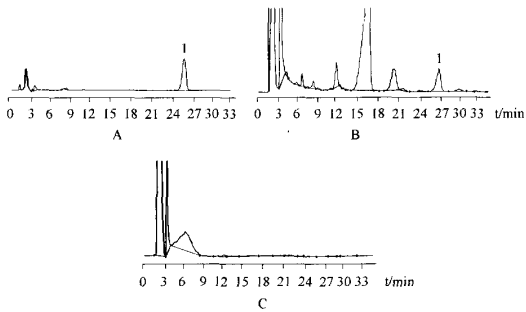
2.2.1 色谱条件 用色谱柱:Dikma Diamonsil- C_{18} (250 mm×4.6 mm,5 μ m);柱温:室温;以乙腈-水(32:68)为流动相;蒸发光散色检测器;雾化温度:40℃;飘移管温度:70℃;检测池温度:39℃;流速1.0 ml·min⁻¹。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取干燥恒重的黄芪甲苷对照品配成每1 ml含0.531 mg 黄芪甲苷溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备 取干膏10 g,精密称定,置100 ml 量瓶中,加入甲醇70 ml 超声处理30 min,放冷,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液50 ml,蒸干,残渣加水30 ml 分次溶解,转移至分液漏斗中,用水饱和正丁醇提取4次,每次30 ml,合并正丁醇液,用氨试液洗涤2次,每次30 ml,弃去洗涤液,正丁醇液蒸干,残渣用甲醇溶解并转移至5 ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

2.2.4 阴性样品溶液的制备 按复方参芪五味咀嚼片处方取未加黄芪的各味药材,按“2.2.3”项下方法进行操作,制得阴性样品溶液。

2.2.5 干扰试验 分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性样品溶液各20 μ l 进样,测定峰面积,利用外标两点法对数方程计算黄芪甲苷含量。见图1。



A. 对照品 B. 供试品 C. 阴性样品 1. 黄芪甲苷

图1 HPLC 色图谱

2.3 正交试验结果

根据药材性质及剂型要求,选用干膏收率、黄芪

甲苷含量为评价指标,进行综合评价。干膏收率作为选择剂型的参考指标,太高或太低均对成型工艺产生影响,影响除杂方法的选择及成品的稳定性。因此,选择干膏收率作为评价指标之一。黄芪甲苷含量与疗效具有线性关系,所占权重系数应较大。故干膏收率权重系数为0.4,黄芪甲苷含量为0.6,计算综合评分=40/最大干膏收率×干膏收率×100%+60/最大黄芪甲苷含量×黄芪甲苷含量×100%。正交试验设计表及结果见表2,方差分析见表3。

表2 正交试验设计表及结果

实验号	因素				评价指标		
	A	B	C	D(空白)	黄芪甲苷含量(%)	干膏收率(%)	综合评分
1	1	1	1	1	0.08	0.19	30.94
2	1	2	2	2	0.09	0.38	48.36
3	1	3	3	3	0.13	0.45	61.97
4	2	1	2	3	0.09	0.44	52.61
5	2	2	3	1	0.29	0.39	90.49
6	2	3	1	2	0.19	0.45	74.04
7	3	1	3	2	0.11	0.39	52.90
8	3	2	1	3	0.09	0.52	58.62
9	3	3	2	1	0.09	0.45	53.52
K ₁	141.27	136.45	163.60	174.95			
K ₂	217.14	197.48	154.49	175.31			
K ₃	165.05	189.53	205.36	173.20			
r	75.87	61.03	50.87	2.11			

表3 方差分析表

方差来源	离均差平方和	自由度	均方	F	P
A	38.8	2	19.40	34.64	<0.05
B	33.18	2	16.59	29.63	<0.05
C	27.13	2	13.56	24.21	<0.05
D(误差)	1.13	2	0.56		

注:F_{0.05(2,2)} = 19。

经方差分析确定最佳水提取工艺为A₂B₂C₃,即为10倍水煎煮,煎煮3次,每次1.5h。并对最佳工艺进行3次验证。验证试验结果见表4。

表4 验证试验

	黄芪甲苷含量(%)	干膏收率(%)
1	0.29	53.6
2	0.29	57.4
3	0.29	57.6

3 讨论

3.1 以黄芪甲苷含量为指标,以溶媒用量、提取时间、提取次数为考察因素,各取3个水平,进行

中药赤石脂的热分析

刘继华 来国防 刘屹 (云南省食品药品检验所 昆明 650011)

摘要 目的: 研究中药赤石脂中所含吸附水、结晶水等理化性质。**方法:** 用差扫描量热分析(DSC)和热重分析(TGA)法研究赤石脂的热变化。**结果:** 对不同产地的29批次赤石脂样本进行DSC及TG同步热分析,个别样本中不含结晶水。**结论:** 热分析法可较好的测定赤石脂中所含的结晶水,可作为鉴别赤石脂及高岭石的重要手段。

关键词 赤石脂; 热分析; 结晶水

中图分类号: R917 **文献标识码:** A **文章编号:** 1008-049X(2011)06-0764-03

Thermal Analysis of Halloysitum Rubrum

Liu Jihua, Lai Guofang, Liu Yi (Yunnan Institute for Food and Drug Control, Kunming 650011, China)

ABSTRACT Objective: To study the properties of adsorbed water and crystal water in halloysitum rubrum. **Method:** The thermal changes of halloysitum rubrum were studied by DSC and TG. **Result:** Twenty-nine batches of samples from different habitats were researched by DSC and TG simultaneously. Several samples didn't contain crystal water. **Conclusion:** Thermal analysis can determine crystal water contained in halloysitum rubrum, which is an important means to distinguish halloysitum rubrum from aolinite.

KEY WORDS Halloysitum rubrum; Thermal analysis; Crystal water

赤石脂为硅酸盐类矿物多水高岭石族多水高岭石,主含含水硅酸铝 $[\text{Al}_4(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,《神农本草经》列为上品,具有涩肠、止血、收湿、生肌之功效。历版《中国药典》均有收载,属较常用矿物药之一。赤石脂由多种粘土矿物组成,形成于分布广阔的沉积岩(如石灰岩、页岩等)中,也常见于火成岩和变质岩的风化壳中。主产福建、河南、江苏、陕西、湖北、山东、安徽、山西等地^[1-3]。有关赤石脂研究的文献报道不多,有使用红外光谱、显微镜法及X-射线衍射法,未见热分析法分析结果。本文采用差示扫描量热分析(DSC)和热重分析(TG)^[4],

测定赤石脂的吸附水和结晶水的含量^[5,6]。

1 仪器与试剂

STA409PC 热分析仪(德国耐驰);铂坩埚。赤石脂(野外采集和市场上购买)。

2 方法与结果

2.1 测定条件

气氛:氮气,流速:20 ml·min⁻¹;温度:室温至600℃,升温速率:5℃·min⁻¹。

2.2 试验方法

取本品约10 mg,精密称定,置热分析仪加热炉铂坩埚样品池中,参比池放入空白铂坩埚,按“2.1”

基金项目: 十一五国家科技支撑计划项目(编号:2006BA155B02);云南省技术创新人才培养项目(编号:2009C1107)

通讯作者: 来国防 Tel: (0871)3135806 E-mail: lguofang@yahoo.com.cn

$\text{L}_9(3^4)$ 正交试验,结合出膏率,通过权重分析,确定最佳水提取工艺为 $\text{A}_2\text{B}_2\text{C}_3$,即为10倍水煎煮,煎煮3次,每次1.5 h。验证试验所用的药材量较大,操作过程中干膏损失对收率影响较小,所以收率较正交试验的结果略高。

3.2 在测定黄芪甲苷含量时对流动相的选择进行了考察,最终确定乙腈-水的比例为32:68时分离效果最佳,且在供试品制备时对供试品处理方法进行了研究。

参 考 文 献

1 中国药典[S]. 2010年版.一部.8,283,61,144

- 张颜彤,李淑惠,章春宇. 对“生脉饮”中三种中药作用的分析[J]. 中国实用医药,2009,4(23):130-131
- 刘燕娟,王飞雪,郝建峰,等. 黄芪生脉饮临床应用及基础研究进展[J]. 现代中西医结合杂志,2009,18(16):1961-1963
- 韩勇,吴永芹. 复方罗布麻片中罗布麻叶提取工艺研究[J]. 中国中医药信息杂志,2008,15(8):57-59
- 尤国发,彭桂,薛贵莲. 复方仙凤风湿滴丸醇提取工艺研究[J]. 新疆中医药,2009,27(4):57-59
- 武捷,火红晔. RP-HPLC法测定消栓口服液黄芪甲苷的含量[J]. 黑龙江医药,2007,20(5):431
- 崔学军,杨少辉,宋洪波. HPLC-ELSD法测定补肾排毒颗粒中黄芪甲苷的含量[J]. 中国药师,2009,12(8):1074-1075
- 姚琰,宋金春. HPLC-ELSD测定复方黄芪心通颗粒中黄芪甲苷的含量[J]. 中国药师,2009,12(12):1768-1770

(2011-01-20 收稿 2011-02-20 修回)

作者：[史国兵](#)，[赵明宏](#)，[孙学惠](#)，[何静](#)，[李文韬](#)，[Shi Guobing](#)，[Zhao Minghong](#)，[Sun Xuehui](#)，[He Jing](#)，[Li Wentao](#)

作者单位：[史国兵, 赵明宏, 孙学惠, 何静, Shi Guobing, Zhao Minghong, Sun Xuehui, He Jing\(沈阳军区总医院药剂科, 沈阳, 110840\)](#)，[李文韬, Li Wentao\(沈阳军区总医院药剂科, 沈阳110840; 辽宁医学院\)](#)

刊名：[中国药师](#)

英文刊名：[CHINA PHARMACIST](#)

年，卷(期)：2011, 14(6)

参考文献(8条)

1. 韩勇;吴永芹 [复方罗布麻片中罗布麻叶提取工艺研究](#) 2008(08)
2. 刘燕娟;王飞雪;郝建峰 [黄芪生脉饮临床应用及基础研究进展](#) 2009(16)
3. 张颜彤;李淑惠;章春宇 [对“生脉饮”中三种中药作用的分析](#) 2009(23)
4. 姚琰;宋金春 [HPLC-ELSD测定复方黄芪心通颗粒中黄芪甲苷的含量](#) 2009(12)
5. 崔学军;杨少辉;宋洪波 [HPLC-ELSD法测定补肾排毒颗粒中黄芪甲苷的含量](#) 2009(08)
6. 武捷;火红晔 [RP-HPLC法测定消栓口服液中黄芪甲苷的含量](#) 2007(05)
7. 尤国发;彭桂;薛贵蓬 [复方仙香风湿滴丸醇提取工艺研究](#) 2009(04)
8. [中国药典\(一部\)](#)

本文链接：http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgys201106002.aspx