

正交试验法优选黄芩炮制工艺

李贵波¹,王欣欣²,刘秀华³,黄青^{3*}

(1. 白山市药品检验所,吉林 白山 134300; 2. 吉林农业大学,长春 130000;
3. 吉林省中医药科学院,长春 130000)

〔摘要〕 目的:优选黄芩炮制的最佳工艺。方法:采用正交试验设计法,以黄芩苷得率为指标,确定蒸制时间,蒸制温度,投药时机 3 个炮制参数。结果:确定黄芩炮制最佳工艺条件为沸水投药 200 ℃ 蒸制 50 min。结论:黄芩炮制的最佳工艺条件科学合理,稳定可行。

〔关键词〕 黄芩;黄芩苷;炮制工艺;正交试验

〔中图分类号〕 R283. 6 〔文献标识码〕 A 〔文章编号〕 1005-9903(2011)06-0036-03

Optimization of Processing Technology for *Scutellaria baicalensis*
by Orthogonal Design

LI Gui-bo¹,WANG Xin-xin²,LIU Xiu-hua³,HUANG Qing^{3*}

(1. Baishan Druginspection Office,Baishan 134300,China; 2. Jilin Agricultural University,Changchun 130000,China;
3. Jilin Traditional Chinese Medicine Academy of Sciences,Changchun 130000,China)

〔Abstract〕 **Objective:** To optimize processing technology of *S. baicalensis*. **Method:** The optimization processing technology of *S. baicalensis* was investigated using orthogonal design with the yield of baicalin as the index to determine the processing of parameters. **Result:** The optimal condition for the processing technology of *S. baicalensis* was dosed in hot water 200 ℃ by steaming 50min. **Conclusion:** The optimized extractive technology is scientific and efficient.

〔Key words〕 *Scutellaria baicalensis*; baicalin;processing technology;orthogonal design

黄芩为唇形科多年生草本植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根,味苦性寒,具有清热燥湿、泻火解毒、凉血止血、除热安胎的功效,可用来泡茶喝,有清凉败火、消炎去暑的功效^[1]。黄芩苷为黄芩的有效成分之一,但因蒸制可以起到杀酶保苷的作用,提高黄芩苷含量,所以一般均采用清蒸对其进行加工炮制。但目前 2010 年版《中国药典》一部^[2],蒸制黄芩的炮制方法没有量化标准,导致黄芩的炮制工艺因人而异,其质量难以得到保证。本试

验选用L₉(3⁴)因素水平表,以黄芩苷含量为指标,以蒸制温度,蒸制时间,投药时间为考察因素,以确定黄芩的最佳炮制工艺条件,为炮制黄芩的生产及临床应用提高科学依据。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10AVP 高效液相色谱仪;SPD-10AVP 紫外检测器;浙大 N2000 色谱工作站;Shimadzu C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, μm);AB265-S 精密电子天平(梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司);AK-400B 200 克摇摆中药粉碎机(温岭市奥力中药机械有限公司);

黄芩苷(批号 110715-200212)对照品购自中国药品生物制品检定所;甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯,黄芩药材购自吉林大药房,经吉林省中医药科学院徐国经教授鉴定为唇形科植物 *S. baicalensis*

〔收稿日期〕 2010-11-05
〔第一作者〕 李贵波,学 士,新 药 研 究 与 开 发,Tel:
15004391557,E-mail:44067093@qq. com
〔通讯作者〕 * 黄青,教授,新药研究与开发,Tel:13069115122,
E-mail:690446841@qq. com

的干燥根。

2 方法与结果

2.1 黄芩蒸制正交试验设计 采用正交实验法对黄芩炮制工艺进行优选。以蒸制时间,蒸制温度,投药时机为试验因素,每个因素 3 个水平进行优选,以黄芩苷含量为指标进行试验。因素水平见表 1。

表 1 黄芩炮制工艺优选因素水平表 $L_9(3^4)$

水平	A 蒸制时间/min	B 蒸制温度/℃	C 投药时机
1	10	120	沸水投药
2	30	160	50℃投药
3	50	200	冷水投药

2.2 黄芩苷含量的测定^[3]

2.2.1 色谱条件与系统适应性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-磷酸(47:53:0.2)为流动相;流速 $1.0\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$;检测波长 280 nm。此色谱条件下,理论塔板数按黄芩苷峰计算为2 751.052。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取在 60℃减压干燥 4 h 的黄芩苷对照品 7.42 mg,加甲醇溶解并稀释至 25 mL 的量瓶中,精密吸取 2 mL,用甲醇稀释至 10 mL 量瓶中,制成每 1 mL 含 59.4 μg 的对照品溶液,即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 按 $L_9(3^4)$ 正交表设计,分别按不同蒸制温度,不同的蒸制时间、不同投药时机进行炮制,蒸制后取出,晾干,置于烘箱内,70℃干燥,取出,粉碎为中粉,精密称取黄芩粉末 0.3 g,加 70%乙醇 40 mL,加热回流 3 h,放冷,滤过,滤液置 100 mL 量瓶中,用少量 70%乙醇分次洗涤容器和残渣,洗液滤入同一量瓶中,加 70%乙醇至刻度,摇匀。精密量取 1 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

2.2.4 标准曲线的绘制 精密吸取黄芩苷对照品溶液($0.059\ 2\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$)3,6,9,12,15 μL 分别注入高效液相色谱仪,依法进行测定。以黄芩苷峰面积积分为纵坐标,以黄芩苷的进样量为横坐标,绘制标准曲线,计算回归方程为 $Y = 1.86 \times 10^6 X - 2.10 \times 10^5$, $r = 0.999\ 8$,试验结果表明,黄芩苷进样量在0.177 6~0.888 μg 呈良好线性关系。

2.2.5 精密度试验 取同一份标准品溶液,按上述色谱条件重复测定 5 次,计算精密度。结果黄芩苷的色谱峰面积 RSD 0.955% ($n = 5$),表明仪器精密性良好。

2.2.6 稳定性试验 取同一批供试品溶液,分别于 0,1,2,3,4 h 按上述色谱条件进样测定 5 次。结果黄芩苷色谱峰面积 RSD 0.968% ($n = 5$)。表明供试品溶液在 4 h 内稳定性较好。

2.2.7 黄芩苷含量测定 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL,注入高效液相色谱仪,按上述色谱条件进行测定。

2.3 黄芩炮制最佳工艺确定 正交试验见表 2,方差分析见表 3。

表 2 黄芩炮制正交试验结果

No.	A	B	C	D	黄芩苷质量分数/%
1	1	1	1	1	8.66
2	1	2	2	2	8.75
3	1	3	3	3	8.79
4	2	1	2	3	8.12
5	2	2	3	1	8.11
6	2	3	1	2	8.47
7	3	1	3	2	8.75
8	3	2	1	3	9.06
9	3	3	2	1	9.00
K_1	26.20	25.53	26.19	25.77	
K_2	24.70	25.92	25.87	25.97	
K_3	26.71	26.26	26.65	25.97	
R	0.73	0.24	0.18	0.06	

表 3 黄芩苷质量分数方差分析

方差来源	SS	f	F	P
A	0.786 0	2	88.315	<0.05
B	0.088 8	2	9.977	>0.05
C	0.049 1	2	5.517	>0.05
D(误差)	0.008 9	2	1	

注: $F_{0.05}(2,2) = 19$

由表 2 可知,3 个因素的级差大小顺序为 $A > B > C$,蒸制时间对黄芩炮制工艺的影响最大,蒸制温度影响较大,投药时机影响最小。由表 3 可见因素 A(蒸制时间)有显著性,因素 B(蒸制温度),C(投药时机)无显著性。故黄芩炮制的最佳工艺为 $A_3B_3C_1$,即沸水投药 200℃蒸制 50 min。

2.4 最佳工艺验证试验 按优选的最佳工艺提取 3 批样品进行验证试验,可知 3 批样品黄芩苷含量分别为 9.861%,9.163%,9.425%。验证结果表明此工艺稳定可行。

正交试验优选橘红贴膏的乙醇渗漉提取工艺

汪兰芳, 方优妮, 韩建伟*, 缪刘萍

(湖北中医药大学中药资源与中药复方省部共建教育部重点实验室, 武汉 430061)

[摘要] 目的: 优选橘红贴膏的乙醇渗漉提取工艺条件。方法: 以化橘红中柚皮苷提取量为考察指标, 采用高效液相色谱法测定其含量, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验进行优选。结果: 优选工艺为: 15 倍量 80% 乙醇, 浸润 24 h, 渗漉速度 $5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。3 批验证试验化橘红中柚皮苷平均转移率为 79.0%。结论: 优选的提取工艺合理, 转移率较高。

[关键词] 正交试验; 渗漉提取工艺; 化橘红; 柚皮苷; 高效液相色谱法

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)06-0038-03

Study on Optimum Technology of Ethanol Percolation Extraction for Citri Grandis Exocarpium Plaster by Orthogonal Test

WANG Lan-fang, FANG You-ni, HAN Jian-wei*, MIAO Liu-ping

(Hubei University of Traditional Chinese Medicine, Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine Resource and Compound Prescription Ministry of Education, Wuhan 430061, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize the technical conditions of ethanol percolation extraction for Citri Grandis Exocarpium Plaster. **Method:** The content of naringin extracted from Citri Grandis Exocarpium, which was regarded as the marker of detection, was determined by high performance liquid chromatography and was used to optimize the extraction processing conditions by $L_9(3^4)$ orthogonal test. **Result:** The optimum extraction condition was that the concentration of ethanol was 80%, the volume of solvent was 15 times of medicinal materials, the soaking time was 24 hours and the percolating speed was $5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1}$. The average transferring rate of naringin in 3 batches of samples was 79.0%. **Conclusion:** The optimum extraction process is reasonable and the transferring rate of naringin is higher.

[Key words] orthogonal test; percolation extraction process; Citri Grandis Exocarpium; naringin; high performance liquid chromatography

[收稿日期] 20101108(010)

[第一作者] 汪兰芳, 在读硕士, 新药开发与研究, E-mail: lanfangwang@yahoo.com.cn

[通讯作者] * 韩建伟, 副研究员, Tel: 027-68889065

3 讨论

中药炮制和制药、临床应用关系密切, 大部分药材需经过炮制才能用于临床和制剂的生产。2010 年版《中国药典》基本上所有药材都有饮片方面的信息, 但是其中黄芩的炮制工艺没有具体的炮制工艺因素说明, 只是注明采用蒸制法对其进行炮制加工, 并未说明其具体的蒸制影响因素, 所以使黄芩加工炮制没有一定的标准, 致使黄芩饮片质量差异很大。黄芩蒸制, 主要的目的在于杀酶保苷, 提高黄芩苷含量, 使临床应用, 工业生产更科学合理。

采用正交试验设计法对黄芩炮制工艺进行优化筛选, 确定沸水投药 200°C 蒸制 50min 炮制工艺简便, 科学, 符合生产要求。

[参考文献]

- [1] 刘雄, 高建德. 黄芩研究进展[J]. 甘肃中医学院学报, 2007, 24(2): 46.
- [2] 孙华芳, 李洁. 正交试验法优选南五味子的炮制工艺[J]. 西北药学杂志, 2009, 24(5): 369.
- [3] 中国药典. 一部[S]. 2010: 282.

[责任编辑 全燕]