

复方黄芩含漱液提取工艺优选^{*}

白妮¹ 刘玉^{2***} 杨振萍¹ 张红梅¹ 鲁杨¹ 呼延杰¹ 刘杰³

(1. 延安市中医医院, 陕西 延安 716000; 2. 靖边县中医医院, 陕西 榆林 712000;

3. 延安市疾病预防控制中心, 陕西 延安 716000)

摘要:目的 优选复方黄芩含漱液的提取工艺。方法 用正交试验法考察乙醇浓度、浸提次数、浸提时间、溶剂用量因素对提取工艺的影响,以干浸膏得率和绿原酸、黄芩苷、盐酸小檗碱含量为考察指标,烘干法测定干浸膏得率,高效液相色谱法测定绿原酸、黄芩苷和盐酸小檗碱含量。结果 乙醇浓度75%,浸提3次,每次1小时,溶剂用量8倍量为最佳提取工艺。结论 优选的工艺合理可行、重复性良好、提取效率高,适合于院内制剂生产。

关键词:正交试验法;烘干法;复方黄芩含漱液;提取工艺;高效液相色谱法

中图分类号:R284.2 **文献标识码:**A **文章编号:**2096-1340(2021)02-0069-06

DOI:10.13424/j.cnki.jsctcm.2021.02.014

复方黄芩含漱液为我院的临方制剂,由黄芩、黄柏、山银花、蒲公英、薄荷等7味药组成,具有清热解毒,消肿止痛的作用、用于火热内盛所致牙龈肿痛,出血,口臭等症;也可用于口腔疱疹、口腔溃疡、口腔治疗后的牙龈肿痛、出血等。本研究选用正交试验设计进行提取工艺优选、以干浸膏得率和绿原酸、黄芩苷、盐酸小檗碱的含量为评价指标,筛选出最佳提取工艺,为该制剂作为医疗制剂使用奠定基础。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 岛津 LC-20AT 高效液相色谱仪(日本岛津公司);超声波清洗器(上海安宁科学仪器有限公司);BP210S 型电子天平(德国 SARTORIUS 公司 d=0.1mg);BPX-272 电热恒温干燥箱(上海博迅医疗生物仪器股份有限公司)SHZ-D III 循环水式多用真空泵(巩义市予华仪器有限公司)。

1.2 试剂 复方黄芩含漱液组方所含各饮片(亳州市永刚饮片厂有限公司);绿原酸对照品(批号 753-9406,99.6%)、黄芩苷对照品(批号 110715-200514,99.6%)、盐酸小檗碱对照品(批号:110713-200911,99.7%),均购自中国药品生物制品检定所;乙腈为色谱纯,水为超纯水,其他试

剂均为分析纯。

2 方法与结果

采用正交试验法对影响醇提工艺的主要因素(乙醇浓度、浸提次数、浸提时间、溶剂用量)进行考察,以干浸膏得率及绿原酸、黄芩苷、盐酸小檗碱的含量作为评价指标。

2.1 干浸膏的制备及得率测定 按照复方黄芩含漱液处方比例,称取各药材9份,每份6.5g,备用,按 L₉(3⁴) 正交设计表进行醇提取,滤过,合并滤液,并减压浓缩,定容至50mL,即得样品浓缩溶液。精密移取样品浓缩溶液5mL置于已干燥至恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,于105℃干燥至恒重,取出,置于干燥器中放置30min,迅速精密称定,按下式计算干浸膏得率:干浸膏得率(%) = $(W \times V1) / (Wt \times V2) \times 100\%$ (W 为测得干浸膏质量,V1 为浓缩液总体积,Wt 为药材总质量,V2 为取样体积)。

2.2 绿原酸、黄芩苷、盐酸小檗碱的含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱:岛津 Shim-pack VP-ODS C18 (4.6 × 150mm, 5μm);流动相:乙腈(A)-水(B;0.1%磷酸水),(A+B=100%)作梯度洗脱,t=0~15min,A:15%~20%;t=15~

* 基金项目:延安市科技攻关计划项目(2018KS-21)

*** 通讯作者:刘玉,主管中药师。E-mail:573919765@qq.com