

# 不同干燥工艺对热毒清颗粒中指标成分保留率的影响<sup>Δ</sup>

贺 帅<sup>1\*</sup>, 姚育法<sup>1</sup>, 周本杰<sup>1</sup>, 季爱民<sup>1</sup>, 张守尧<sup>1</sup>, 王 勇<sup>1</sup>, 张 军<sup>2</sup>, 张忠义<sup>1#</sup>(1. 南方医科大学珠江医院药剂科, 广州 510282; 2. 广州中医药大学中药学院, 广州 510006)

中图分类号 R284.2;R283 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)31-2916-05  
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.31.13

**摘 要** 目的: 优选热毒清颗粒的最佳干燥工艺。方法: 以热毒清颗粒中绿原酸、连翘酯苷 A、连翘苷、哈巴俄苷为指标成分, 比较常压干燥、减压干燥和喷雾干燥条件下各指标成分的保留率。结果: 绿原酸在常压干燥、减压干燥、喷雾干燥样品中保留率分别为 88.70%、89.34%、89.62%; 连翘酯苷 A 在常压干燥样品中保留率为 93.59%, 在减压干燥及喷雾干燥样品中保留率均超过 99%; 连翘苷在 3 种干燥工艺中保留率分别为 98.84%、96.18%、94.39%; 哈巴俄苷在 3 种干燥工艺中保留率分别为 79.48%、85.66%、85.99%。结论: 常压干燥条件下连翘酯苷 A 与哈巴俄苷损失较大, 而喷雾干燥与减压干燥下各指标成分相对损失较小, 但减压干燥所需时间较长, 因此喷雾干燥最适合热毒清颗粒浓缩液的干燥。

**关键词** 热毒清颗粒; 干燥工艺; 绿原酸; 连翘苷

## Study on the Effects of Different Drying Methods on Retention Rate of Principal Component in Reduqing Granules

HE Shuai<sup>1</sup>, YAO Yu-fa<sup>1</sup>, ZHOU Ben-jie<sup>1</sup>, JI Ai-min<sup>1</sup>, ZHANG Shou-yao<sup>1</sup>, WANG Yong<sup>1</sup>, ZHANG Jun<sup>2</sup>, ZHANG Zhong-yi<sup>1</sup>(1. Dept. of Pharmacy, Zhujiang Hospital of Southern Medical University, Guangzhou 510282, China; 2. School of TCM, Guangzhou University of TCM, Guangzhou 510006, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To optimize the drying method of Reduqing granules. METHODS: The retention rate of principal component by atmospheric drying, decompression drying and spray drying were compared, using chlorogenic acid, forsythiaside A, forsythin and harpagoside as indexes. RESULTS: The retention rates of chlorogenic acid in atmospheric drying sample, decompression drying sample and spray drying sample were 88.70%, 89.34% and 89.62%, respectively; the retention rate of forsythiaside A in 3 kinds of samples were 93.59%, 99% and 99%, respectively; the retention rate of forsythin in 3 kinds of samples were 98.84%, 96.18%, 94.39%; the retention rate of harpagoside in 3 kinds of samples were 79.48%, 85.66% and 85.99%, respectively. CONCLUSIONS: The loss of forsythiaside A and harpagoside in atmospheric drying sample is more than that in decompression drying sample and spray drying sample. The decompression drying process is time consuming, so the spray drying is mostly suitable for drying of Reduqing granules.

**KEY WORDS** Reduqing granules; Drying process; Chlorogenic acid; Forsythin

热毒清颗粒为南方医科大学珠江医院自行研发的医院制剂, 主要由金银花、连翘、大青叶、生石膏、荆芥、钩藤等 15 味中

药组成, 主要功效为疏风解表、清热解毒、利咽止咳, 主治感冒发热、咽喉肿痛、扁桃体发炎等。在前期的研究工作中, 笔者

0.114 5 mg, 平均含 0.117 4 mg, 均高于正交试验最高值, 表明所选工艺合理、可行。

### 3 讨论

消脂保肝胶囊处方中主要含有蒽醌类化合物和黄酮类化合物, 在前期的药理学试验中发现, 蒽醌类成分的药理学活性明显, 因此本文以总蒽醌类化合物作为提取工艺的评价指

标。在对该类组分进行化学性质分析时, 文献报道的定量方法多为酸解后显色分析<sup>[3]</sup>, 因此本文以酸解、萃取、显色作为组分定量的方法, 经方法学验证, 该试验条件重现性良好, 可以作为该处方组分定量分析的方法。

### 参考文献

- [1] 薛鹏喜, 童志平, 谢远. 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取穗花大 黄中总蒽醌工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(9): 56.
- [2] 张振巍, 石磊, 白丹丹, 等. 混合均匀试验优选飞龙掌血散剂总生物碱提取工艺[J]. 中国药房, 2012, 23(39): 3681.
- [3] 刘刚彦, 叶强, 余葱葱, 等. 煎煮时间对大黄蒽醌类成分的影响研究[J]. 陕西中医学院学报, 2011, 34(2): 79.

(收稿日期: 2013-01-15 修回日期: 2013-05-09)

<sup>Δ</sup> 基金项目: 广州市科技技术重大民生攻关专项(No.2012Y2-00018-2); 广州市海珠区科技项目(No.2011-YL-02)

\* 药师, 硕士。研究方向: 医院药学。电话: 020-62783373。E-mail: hs43555@163.com

# 通信作者: 主任药师, 博士研究生导师。研究方向: 医院药学。电话: 020-61643499。E-mail: zhang43499@sohu.com

所在课题组确定了热毒清颗粒最佳提取工艺,本文主要是在此基础上开展热毒清浓缩液干燥工艺的优化。目前,常用的干燥方法主要有常压干燥、减压干燥、喷雾干燥等<sup>[1-4]</sup>,因此笔者以热毒清颗粒中绿原酸、连翘酯苷A、连翘苷、哈巴俄苷为指标成分,比较常压干燥、减压干燥、喷雾干燥过程中热毒清颗粒指标成分的保留率,优选最佳干燥方法。

## 1 材料

### 1.1 仪器

LC-20A 高效液相色谱(HPLC)仪,包括UV检测器、LC-20AT泵、SIL-20A自动进样器、Labsolution色谱工作站(日本岛津公司);CP225D十万分之一分析天平、AB204-N万分之一分析天平(瑞士Mettler Toledo公司);SB-1000旋转蒸发器(日本东京理化器械株式会社);TC-15套式恒温器(海宁市新华医疗器械厂);Mini spray B-290喷雾干燥器(瑞士Buchi仪器有限公司);KQ2600DE数控超声仪(昆山市超声仪器有限公司,功率:350 W,频率:35 kHz)。

### 1.2 试剂

绿原酸、连翘苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号分别为110753-200413、110821-200711);连翘酯苷A、哈巴俄苷标准品(上海融禾医药科技发展有限公司,批号分别为100512、100329,纯度均为99.5%);乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

### 1.3 药材

所有药材均购于和翔制药有限公司,经广州中医药大学中药鉴定教研室黄海波副教授鉴定均为真品。

## 2 方法与结果

### 2.1 热毒清颗粒提取液和浓缩液的制备

2.1.1 热毒清颗粒提取液的制备 称取处方量的金银花、连翘(粉碎,过20目筛)各32.4 g,加10倍量水80℃浸泡1 h,滤过,药渣加10倍量水煎煮20 min,滤过,合并浸泡液及煎煮液,作为浸提液,备用。金银花、连翘药渣与处方中的其他药物,加12.8倍量水煎煮2次(1.5、1 h),同时收集挥发油,药液滤过,作为合并提取液,备用。

2.1.2 热毒清颗粒浓缩液的制备 将金银花、连翘浸提液65℃减压浓缩至相对密度约1.05,备用;金银花、连翘药渣与处方中其他药材的合并提取液于75℃减压浓缩至相对密度约1.10,备用;将上述两组浓缩液合并,得浓缩液495 ml,备用。

### 2.2 不同干燥工艺样品及其贮备液的制备

2.2.1 常压干燥样品及其贮备液的制备 精密量取热毒清颗粒浓缩液50 ml,置烧杯中,加入相当于半倍干膏质量的 $\beta$ -环糊精(CD,5.2 g),40℃水浴加热并搅拌使溶解,再将药液均匀铺于瓷盘中,用少量水洗涤烧杯,合并洗液,轻轻摇匀瓷盘中药液后,置烘箱中100℃干燥6 h,得干膏,即常压干燥样品。将瓷盘中干膏用水溶解并转移至500 ml量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得常压干燥样品贮备液。

2.2.2 减压干燥样品及其贮备液的制备 精密量取热毒清颗粒浓缩液50 ml,置烧杯中,加入相当于半倍干膏质量的 $\beta$ -CD(5.2 g),40℃水浴加热并搅拌使溶解,再将药液均匀铺于瓷盘中,用少量水洗涤烧杯,合并洗液,轻轻摇匀瓷盘中药液后,置减压干燥器中70℃(真空度:-0.09 MPa)干燥6 h,得干膏,即减压干燥样品。将瓷盘中干膏用水溶解并转移至250 ml量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得减压干燥样品贮备液。

2.2.3 喷雾干燥样品的制备 精密量取热毒清颗粒浓缩液

225 ml,置烧杯中,加入相当于半倍干膏质量的 $\beta$ -CD(23.5 g),40℃水浴加热并搅拌使溶解,喷雾干燥(进风口温度:180℃,出风口温度:80℃),分别收集收集瓶及瓶壁上的干燥粉,即得喷雾干燥样品。

### 2.3 绿原酸的含量和保留率测定

2.3.1 色谱条件和方法学考察已另文发表,详见参考文献5。

2.3.2 供试品溶液的制备 (1)母液的制备:精密量取“2.1.2”项下热毒清颗粒浓缩液10 ml,置25 ml量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,静置,滤过,精密量取滤液1 ml,置10 ml量瓶中,加50%乙醇稀释至刻度,摇匀,即得。(2)常压干燥用供试品溶液的制备:精密量取常压干燥样品贮备液25 ml,置50 ml量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀,静置,取上清液,即得。(3)减压干燥用供试品溶液的制备:精密量取减压干燥样品贮备液25 ml,置50 ml量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀,静置,取上清液,即得。(4)喷雾干燥用供试品溶液的制备:称取喷雾干燥收集瓶、瓶壁上干燥粉各约1 g,精密称定,置50 ml量瓶中,加50%乙醇40 ml超声处理30 min,放冷,加50%乙醇稀释至刻度,摇匀,静置,取上清液,即得。

2.3.3 样品中绿原酸含量和保留率的测定 取“2.3.2”项下各供试品溶液适量,0.45  $\mu$ m微孔滤膜滤过,取续滤液,按规定的色谱条件进样测定,计算绿原酸含量和保留率(以母液中各成分的保留率为100%,样品中某成分的保留率=样品药液中某成分的总质量/母液中某成分的总质量 $\times$ 100%)。热毒清颗粒中绿原酸在常压干燥、减压干燥、喷雾干燥工艺中的保留率分别见表1、表2。

表1 热毒清颗粒中绿原酸在常压干燥、减压干燥工艺中的保留率

Tab 1 Retention rate of chlorogenic acid in Reducing granules by atmospheric drying and decompression drying

样品来源	浓缩液体积,ml	取样体积,ml	$\beta$ -CD加入量,g	定容体积,ml	取样体积,ml	定容体积,ml	药液中绿原酸总质量,g	保留率,%
母液	495	10	0	25	1	10	0.858 6	100.00
常压干燥样品	495	50	5.2	500	25	50	0.761 6	88.70
减压干燥样品	495	50	5.2	250	25	50	0.767 1	89.34

表2 热毒清颗粒中绿原酸在喷雾干燥工艺中的保留率

Tab 1 Retention rate of chlorogenic acid in Reducing granules by spray drying

样品来源	浓缩液体积,ml	取样体积,ml	$\beta$ -CD加入量,g	理论得粉量,g	取样量,g	定容体积,ml	药液中绿原酸总质量,g	保留率,%
收集瓶中样品	495	225	23.5	64.031	1.0020	50	0.769 5	89.62
瓶壁上样品	495	225	23.5	64.031	1.0028	50	0.738 4	86.00

由表1、表2可知,在常压干燥、减压干燥、喷雾干燥样品中绿原酸保留率分别为88.70%、89.34%、89.62%,分别损失11.30%、10.66%、10.38%。

### 2.4 连翘酯苷A的含量和保留率测定

2.4.1 色谱条件和方法学考察已另文发表,详见参考文献5。

2.4.2 供试品溶液的制备 按“2.3.2”项下方法制备各种供试品溶液。

2.4.3 样品中连翘酯苷A含量和保留率的测定 取“2.4.2”项下各供试品溶液适量,0.45  $\mu$ m微孔滤膜滤过,取续滤液,按规定的色谱条件进样测定,计算连翘酯苷A含量和保留率。热毒清颗粒中连翘酯苷A在常压干燥、减压干燥、喷雾干燥工艺中的保留率分别见表3、表4。

表3 热毒清颗粒中连翘酯苷A在常压干燥、减压干燥工艺中的保留率

Tab 3 Retention rate of forsythiaside A in Reduqing granules by atmospheric drying and decompression drying

样品来源	浓缩液体积, ml	取样体积, ml	$\beta$ -CD加入量, g	定容体积, ml	取样体积, ml	定容体积, ml	浓缩液中连翘酯苷A总质量, g	保留率, %
母液	495	10	0	25	1	10	1.581 5	100
常压干燥样品	495	50	5.2	500	25	50	1.480 1	93.59
减压干燥样品	495	50	5.2	250	25	50	1.576 8	99.70

表4 热毒清颗粒中连翘酯苷A在喷雾干燥工艺中的保留率

Tab 4 Retention rate of forsythiaside A in Reduqing granules by spray drying

样品来源	浓缩液体积, ml	取样体积, ml	$\beta$ -CD加入量, g	理论得粉量, g	取样量, g	定容体积, ml	浓缩液中连翘酯苷A总质量, g	保留率, %
收集瓶中样品	495	225	23.5	64.031	1.002 0	50	1.127 0	100.21
瓶壁上样品	495	225	23.5	64.031	1.002 8	50	1.049 9	93.44

由表3、表4可知,在常压干燥工艺中连翘酯苷A保留率为93.59%,损失6.41%;在减压干燥和喷雾干燥工艺中连翘酯苷A保留率均超过99%,无明显损失。

## 2.5 连翘苷的含量测定

2.5.1 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱: Kromasil C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5  $\mu$ m); 流动相: 乙腈-水 (24: 76, V/V); 检测波长: 277 nm; 流速: 1.0 ml/min; 柱温: 25  $^{\circ}$ C; 进样量: 10  $\mu$ l。分别量取连翘苷对照品溶液、缺连翘阴性对照溶液、样品溶液(供方法学考察用)适量,按上述色谱条件进样测定。结果,连翘苷与相邻峰的分离度为2.336,理论板数以连翘苷色谱峰计算为12 886,拖尾因子为1.049,且阴性对照无干扰。色谱见图1。

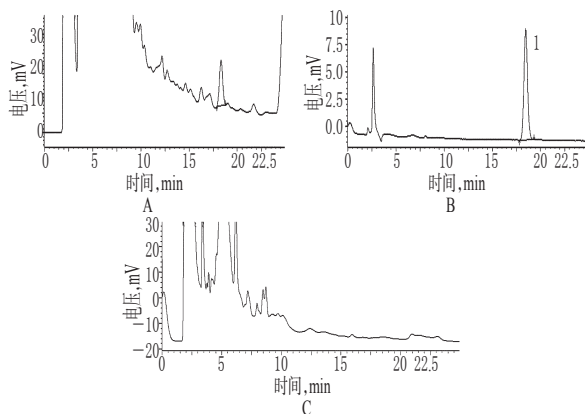


图1 高效液相色谱图

A. 样品; B. 连翘苷对照品; C. 阴性对照; 1. 连翘苷

Fig 1 HPLC chromatograms

A. sample; B. forsythine control; C. negative control; 1. forsythine

2.5.2 连翘苷对照品溶液的制备 精密称取连翘苷对照品3.85 mg,置5 ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,再精密量取1 ml,置10 ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.5.3 供试品溶液的制备 (1)样品溶液(供方法学考察用)的制备:精密量取“2.1.1”项下热毒清颗粒提取液100 ml,减压浓缩至约35 ml,加乙醇至含醇量为60%,滤过,滤液过氧化铝柱(100~120目,5 g,内径:1.3 cm),用95%乙醇40 ml洗脱,收集洗脱液,浓缩至干,残渣用50%甲醇溶解,转移至5 ml量瓶中,稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。(2)母液的制备:精密量取“2.1.2”项下热毒清颗粒浓缩液20 ml,加乙醇至含醇

量为60%,摇匀,静置,滤过,滤液加中性氧化铝柱(100~120目,6 g,内径:1.3 cm),用95%乙醇40 ml洗脱(先用少量乙醇洗涤滤渣及滤纸),收集过柱液与洗脱液,合并,70  $^{\circ}$ C减压浓缩至干,残渣用50%甲醇转移至10 ml量瓶中,加50%甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。(3)常压干燥用供试品溶液的制备:量取常压干燥样品贮备液20 ml,按“2.5.3”项下方法(2)制备。(4)减压干燥用供试品溶液的制备:量取减压干燥样品贮备液10 ml,按“2.5.3”项下方法(2)制备。(5)喷雾干燥用供试品溶液的制备:称取喷雾干燥收集瓶及瓶壁上干燥粉各约1 g,精密称定,精密加入60%乙醇50 ml,超声处理30 min,摇匀,放冷,滤过,滤液加中性氧化铝柱(100~120目,6 g,内径:1.3 cm),用95%乙醇40 ml洗脱(先用少量乙醇洗涤滤渣及滤纸),收集过柱液与洗脱液,合并,70  $^{\circ}$ C减压浓缩至干,残渣用50%甲醇转移至10 ml量瓶中,加50%甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.5.4 阴性对照溶液的制备 按照处方比例,称取缺连翘处方药材,按“2.1.1”项下方法制备提取液。精密量取该提取液100 ml,照“2.5.3”项下方法(1)制备。

2.5.5 标准曲线的制备 吸取上述连翘苷对照品溶液适量,0.45  $\mu$ m微孔滤膜滤过,精密吸取续滤液2、4、8、10、16、20  $\mu$ l,注入液相色谱仪测定。以连翘苷对照品进样量(x)为横坐标,峰面积积分值(y)为纵坐标,进行线性回归,得回归方程为 $y=70\ 0371x+5\ 716.2$ ( $r=0.999\ 9$ )。结果表明,连翘苷进样量在0.154~1.540  $\mu$ g范围内与峰面积积分值呈良好线性关系。

2.5.6 样品中连翘苷含量和保留率的测定 取“2.5.4”项下各供试品溶液适量,0.45  $\mu$ m微孔滤膜滤过,取续滤液,按规定的色谱条件进样测定,计算连翘苷含量和保留率。热毒清颗粒中连翘苷在常压干燥、减压干燥、喷雾干燥工艺中的保留率分别见表5、表6。

表5 热毒清颗粒中连翘苷在常压干燥、减压干燥工艺中的保留率

Tab 5 Retention rate of forsythine in Reduqing granules by atmospheric drying and decompression drying

样品来源	浓缩液体积, ml	取样体积, ml	$\beta$ -CD加入量, g	定容体积, ml	取样体积, ml	定容体积, ml	浓缩液中连翘苷总质量, g	保留率, %
母液	495	10	0	50	1	10	0.219 0	100.00
减压干燥样品	495	50	5.2	250	10	10	0.216 5	98.84
常压干燥样品	495	50	5.2	500	20	10	0.210 7	96.18

表6 热毒清颗粒中连翘苷在喷雾干燥工艺中的保留率

Tab 6 Retention rate of forsythine in Reduqing granules by spray drying

样品来源	浓缩液体积, ml	取样体积, ml	$\beta$ -CD加入量, g	理论得粉量, g	取样量, g	定容体积, ml	浓缩液中连翘苷总质量, g	保留率, %
收集瓶中样品	495	225	23.5	64.031	0.900 4	10	0.206 7	94.39
瓶壁上样品	495	225	23.5	64.031	0.901 1	10	0.201 9	92.20

由表5、表6可知,在常压干燥、减压干燥、喷雾干燥样品中连翘苷保留率分别为98.84%、96.18%、94.39%,分别损失1.16%、3.82%、5.61%。

## 2.6 哈巴俄苷的含量和保留率测定

2.6.1 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱: Phenomenex Luna C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5  $\mu$ m); 流动相: 乙腈(A)-0.1%磷酸溶液(B),梯度洗脱(程序见表7); 检测波长: 278 nm; 流速: 0.8 ml/min; 柱温: 25  $^{\circ}$ C; 进样量: 10  $\mu$ l。分别量取哈巴俄苷对照品

溶液、缺哈巴俄苷阴性对照溶液、样品溶液(供方法学考察用)适量,按上述色谱条件进样测定。结果,哈巴俄苷与相邻峰的分度为1.612,理论板数按哈巴俄苷色谱峰计算为978 855,拖尾因子为1.033,且阴性对照无干扰。色谱见图2。

表7 梯度洗脱程序

Tab 7 Gradient elution procedure

时间,min	A,%	B,%
0~20	5	95
>20~30	>5~17	>95~83
>30~40	>17~18	>83~82
>40~45	>18~21	>82~79
>45~50	>21~25	>79~75
>50~55	>25~26	>75~74
>55~60	>26~30	>74~70
>60~65	>30~37	>70~63
>65~70	>37~37	63
>70~80	>37~55	>63~45

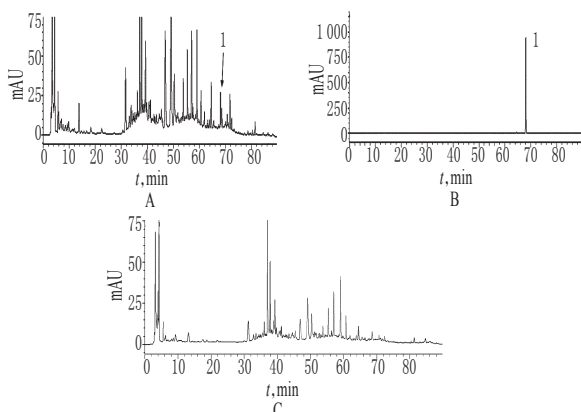


图2 高效液相色谱图

A.样品;B.哈巴俄苷对照品;C.阴性对照;1.哈巴俄苷

Fig 2 HPLC chromatograms

A.sample;B.hargagcside control;C.negative control;1.herpagcside

2.6.2 哈巴俄苷对照品溶液制备 精密称取哈巴俄苷对照品4.10 mg,置5 ml量瓶中,加30%甲醇稀释至刻度,摇匀,制成0.82 mg/ml的哈巴俄苷对照品溶液。

2.6.3 供试品溶液的制备 (1)样品溶液(供方法学考察用)的制备:精密量取“2.1.1”项下热毒清颗粒提取液100 ml,70 ℃减压回收至25 ml,加甲醇稀释至50 ml,摇匀,静置,取上清液,即得。(2)母液、常压干燥、减压干燥、喷雾干燥用供试品溶液的制备:按“2.5.3”项下方法(2~5)制备。

2.6.4 阴性对照溶液的制备 按处方比例,取缺玄参的其他处方药材,按“2.1.1”项下方法制备提取液。精密量取该提取液100 ml,照“2.6.3”项下方法(1)制备。

2.6.5 标准曲线的制备 吸取上述哈巴俄苷对照品溶液适量,0.45 μm微孔滤膜滤过,精密吸取续滤液2、4、8、10、16、20 μl,注入液相色谱仪测定。以哈巴俄苷进样量(x)为横坐标,峰面积积分值(y)为纵坐标,进行线性回归,得回归方程为 $y=1\ 040\ 609.958\ 4x-1\ 714.789\ 5$ ( $r=0.999\ 9$ )。结果表明,哈巴俄苷进样量在0.068 64~0.686 4 μg范围内与峰面积积分值呈良好线性关系。

2.6.6 样品中哈巴俄苷含量和保留率的测定 取“2.6.4”项下各供试品溶液适量,0.45 μm微孔滤膜滤过,取续滤液,按规定的色谱条件进样测定,计算哈巴俄苷含量和保留率。热毒清

颗粒中哈巴俄苷在常压干燥、减压干燥、喷雾干燥工艺中的保留率分别见表8、表9。

表8 热毒清颗粒中哈巴俄苷在常压干燥、减压干燥工艺中的保留率

Tab 8 Retention rate of harpagoside in Reduqing granules by atmospheric drying and decompression drying

样品来源	浓缩液体积,ml	取样体积,ml	β-CD加入量,g	定容体积,ml	取样体积,ml	定容体积,ml	浓缩液中哈巴俄苷总质量,g	保留率,%
母液	495	10	0	25	1	10	0.084 2	100.00
常压干燥样品	495	50	5.2	500	25	50	0.066 9	79.48
减压干燥样品	495	50	5.2	250	25	50	0.072 1	85.66

表9 热毒清颗粒中哈巴俄苷在喷雾干燥工艺中的保留率

Tab 9 Retention rate of harpagoside in Reduqing granules by sprag drying

样品来源	浓缩液体积,ml	取样体积,ml	β-CD加入量,g	取样量,g	定容体积,ml	浓缩液中哈巴俄苷总质量,g	保留率,%
收集瓶中样品	495	225	23.5	1.0020	50	0.0724	85.99
瓶壁上样品	495	225	23.5	1.0028	50	0.0713	84.72

由表8、表9可知,哈巴俄苷在常压干燥、减压干燥、喷雾干燥样品中保留率分别为79.48%、85.66%、85.99%,分别损失20.52%、14.34%、14.01%。

### 3 讨论

在进行喷雾干燥时,热毒清浓缩液的取样体积为225 ml,明显大于常压干燥和减压干燥时的取样体积,是因为使用的喷雾干燥仪有最低取样量要求,为了保证试验的精密性,故将取样体积增大,同时浓缩液中加入的β-CD的量也相应增加。在干燥工艺过程中选择加入β-CD的原因,是因为热毒清颗粒矫味试验表明,需加入β-CD改善口感,加之β-CD能够增加浓缩液中各组分的分散均匀性,同时又能缩短干燥时间,故选择浓缩液中加入β-CD考察干燥工艺。

在考察绿原酸干燥样品的保留率时,根据以往经验,绿原酸在常压干燥时保留率会有明显降低,但在本次试验中绿原酸保留率与喷雾干燥和减压干燥中的保留率相当,造成这种现象的原因有可能是取样体积较小,加之药液中加入吸湿量较大的β-CD,使得常压干燥药液在短时间成为干膏,因而绿原酸损失率减小,导致与减压干燥和喷雾干燥差别不明显。

试验中选取热毒清颗粒的指标成分有哈巴俄苷而没有选择哈巴昔,是因为在建立哈巴昔的HPLC测定方法时,哈巴昔的分度与理论板数均不理想,为保证试验数据的准确性,因而选择了分度和准确度更为理想的哈巴俄苷。

由试验结果可知,常压干燥工艺连翘酯苷A、哈巴俄苷损失较多;喷雾干燥、减压干燥条件下各指标成分基本保留,表明喷雾干燥、减压干燥均适用于热毒清浓缩液的干燥。从实际生产考虑,减压干燥虽然温度不高,但浓缩时间相对较长,对热敏性成分保留存在潜在的风险;从药液各指标成分尤其热敏性成分保留率考虑,结合前期浓缩液密度的确定,选择喷雾干燥为本品干燥方式。后续中试试验将使用喷雾干燥作为热毒清颗粒的干燥方式。

### 参考文献

- [1] 齐红,盛华刚,张超.不同干燥技术对金银花质量的影响[J].中国药业,2010,19(14):36.
- [2] 熊艳,高慧敏,王智民,等.金银花不同干燥技术HPLC指纹图谱研究[J].中国中药杂志,2009,34(8):1 015.

# 消炎止痒洗剂中药材的提取方法研究<sup>△</sup>

莫国栋<sup>1\*</sup>, 杨瑾<sup>1</sup>, 梅全喜<sup>2</sup>, 翁舜龙<sup>1</sup>, 梁丽嫦<sup>1</sup> (1. 中山市第二人民医院, 广东 中山 528447; 2. 广州中医药大学附属中山医院, 广东 中山 528447)

中图分类号 R284.2; R283 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)31-2920-03  
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.31.14

**摘要** 目的: 探讨消炎止痒洗剂中药材的提取方法。方法: 采用高效液相色谱法测定黄芩苷、盐酸小檗碱含量, 并以此为指标, 比较水提醇沉、醇提水沉、醇提水沉结合水提醇沉(不调pH值)、醇提水沉结合水提醇沉(调pH值)4种方法的提取效果。结果: 水提醇沉方法下黄芩苷含量最高, 醇提水沉结合水提醇沉(不调pH值)方法下盐酸小檗碱含量最高, 但醇提水沉方法下二者的含量相当且处于中间水平, 故选择醇提水沉法提取。结论: 所选工艺稳定、可行, 可用于消炎止痒洗剂中药材的提取。

**关键词** 消炎止痒洗剂; 提取方法; 黄芩苷; 盐酸小檗碱

## Study on Extraction Technology of Medicinal Material from Anti-inflammation and Antipruritic Lotion

MO Guo-dong<sup>1</sup>, YANG Jin<sup>1</sup>, MEI Quan-xi<sup>2</sup>, WENG Shun-long<sup>1</sup>, LIANG Li-chang<sup>1</sup> (1. Zhongshan Hospital of TCM, Guangdong Zhongshan 528447, China; 2. Zhongshan Hospital Affiliated to Guangzhou University of TCM, Guangdong Zhongshan 528447, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To discuss the extraction method of Anti-inflammation and antipruritic lotion. METHODS: The contents of baicalin and berberine hydrochloride were determined by HPLC and used as index, the extraction effects of water extraction and alcohol precipitation, alcohol extraction and water precipitation, combination of two methods (no change of pH value), combination of two methods (adjusting pH value) were compared. RESULTS: By using water extraction and alcohol precipitation, the content of baicalin was the highest; by using alcohol extraction and water precipitation combined with water extraction and alcohol precipitation (No change of pH value), the content of berberine hydrochloride was the highest; by using alcohol extraction and water precipitation, the contents of above 2 materials were in the medium level. The alcohol extraction and water precipitation was the optimal method. CONCLUSIONS: The process is stable and feasible, and can be used for the extraction of Anti-inflammation and antipruritic lotion.

**KEY WORDS** Anti-inflammation and antipruritic lotion; Extraction method; Baicalin; Berberine hydrochloride

消炎止痒洗剂是由黄芩、黄柏、黄连、白鲜皮、苦参等10味中药组成, 以黄芩、黄柏、黄连为主药。黄芩为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi. 的干燥根, 其中所含的黄芩苷能显著影响白细胞的多种功能, 表明其有抗炎作用<sup>[1]</sup>; 黄柏为芸香科植物黄皮树 *Phellodendron chinense* Schneid. 的干燥树皮, 其有明显的抗菌、抗炎作用<sup>[2]</sup>; 黄连为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch.、三角叶黄连 *Coptis deltoidea* C. Y. Cheng et Hsiao 或云连 *Coptis teeta* Wall. 的干燥根茎, 其具有抗炎与免疫调节作用<sup>[3]</sup>。此方诸药合用, 对防治皮炎、湿疹、皮肤瘙痒等具有良好的效果。现代药理学研究表明, 黄连提取液、苦参提取液有明显的抑菌作用, 对皮肤致病真菌也有不同程度的抑制作用<sup>[4]</sup>。为了改进提取工艺, 根据临床用药经验和处方药材中有效成分的性质, 笔者分别采用水提醇沉、醇提水沉、醇提水沉结合水提醇沉(不调pH值)和醇提水沉结合水提醇沉(调pH

值)4种工艺, 提取药材, 并对提取工艺进行比较最终确定消炎止痒洗剂中药材的提取工艺。

## 1 材料

### 1.1 仪器

RE52C 旋转蒸发仪、B-220 恒温水浴锅(上海亚荣生化仪器厂); AS20500A 超声波清洗器、AP-01P 真空泵(天津奥特赛恩斯仪器有限公司); UV-1800 紫外-可见分光光度计[岛津仪器(苏州)有限公司]; LC-1260 高效液相色谱仪(美国安捷伦科技有限公司)。

### 1.2 药品与试剂

黄芩苷、盐酸小檗碱对照品(中国食品药品检定研究院, 批号分别为110715-201117、110713-000911); 乙腈(上海锦源精细化工厂, 批号: 20110215); 甲醇(广州市东江化工厂, 批号: 2012071102); 乙醇(广州洛辛宝化学试剂有限公司)。

[3] 范文成, 叶晓红, 韩月芝, 等. 连花清瘟胶囊醇提部分浸膏的带式真空干燥工艺优选[J]. 中国中药杂志, 2008, 33

(24): 2980.

[4] 李智, 韩静, 岑琴, 等. 喷雾干燥法改善中药浸膏吸湿性的研究[J]. 中国药房, 2007, 18(27): 2114.

(收稿日期: 2012-09-13 修回日期: 2012-11-14)

<sup>△</sup> 基金项目: 中山市科技计划(医疗卫生)资助项目(No. 20122A167)

\* 主管药师。研究方向: 药物制剂。电话: 0760-88438709。

E-mail: moguodong2002@163.com