



小儿健脾消食口服液挥发油提取工艺研究

小儿健脾消食口服液是在名老中医经验用方基础上开发的复方中药制剂。原方具有扶正固本、健脾助运之功用，专治小儿体虚、自汗、盗汗、易于感冒、食欲不振、消化不良等症候，经多年临床实践应用证实疗效确切，有较好开发利用价值和应用前景。方中所含白术、防风等药材富含挥发油成分，现代药理研究证明具有一定的药理活性[1]。该口服液制剂工艺拟采用水蒸汽蒸馏法提取药材中的挥发油，收集其蒸馏液配入口服液中以保留这一类活性成分。为确立最佳工艺条件，我们分次收集药材蒸馏液，用紫外分光光度计测定蒸馏液中挥发油的含量，并通过指数函数曲线回归分析建立挥发油馏出规律的数学模型，求出挥发油得率，以确定蒸馏液的收集量。

1 材料和方法

1.1 仪器和试剂

白术、防风、银柴胡等药材购于广州市医药公司；UV-2100可见紫外分光光度计(日本岛津)；所用试剂均为分析纯。

1.2 方法

按处方量取白术、防风、银柴胡三味药材60 g，共2份，加8倍量水，浸泡0.5 h。分别按以下2种工艺方法提取挥发油。工艺1：为直接加热水蒸汽蒸馏；工艺2：加热回流1 h后再改为水蒸汽蒸馏。两法分次收集馏出液，每次20 ml，共7次，按次序编号。各份馏出液分别用10 ml石油醚萃取，共2次，留石油醚层。精密吸取石油醚萃取液3 ml于25 ml量瓶中定容，于200~400 nm间测定 $D(\lambda)$ ，以最大波长处的 $D(\lambda)$ 计为挥发油的含量。

2 结果

石油醚萃取液于217 nm处有最大吸收，各份蒸馏液中挥发油含量结果见表1。工艺1中各次收集的蒸馏液挥发油含量均高于工艺2，即直接水蒸汽蒸馏比加热回流后再收集蒸馏液的提取效率更佳。因此在工艺选择上，将工艺1，即药材加8倍量水、浸泡0.5 h、然后进行直接水蒸汽馏法作为该制剂挥发油的最佳提取工艺。

表 1 挥发油吸收度测定

Tab.1 Absorbance determination of the volatile oil

Method	Distillate number						
	1	2	3	4	5	6	7
Technique 1	0.389	0.304	0.308	0.256	0.220	0.184	0.137
Technique 2	0.302	0.271	0.191	0.177	0.150	0.126	0.101

由于7次收集的蒸馏液量并未将药材中挥发油全部提取完全，为模拟挥发油随馏出液的产量情况，采用SPSS10.0统计软件对以上两工艺所得挥发油数据进行Exponential ($y=b_0e^{b_1x}$) 曲线回归分析，自变量为蒸馏液编号，因变量为挥发油含量，得出曲线[2]。工艺1和工艺2所拟合的回归方程分别为 $y=0.4625e^{-0.1597x}$ 和 $y=0.3631e^{-0.1807x}$ ，其复相关系数分别为0.9784和0.9913；方差分析结果：F值分别为111.9547和284.0065， $P<0.01$ 。可见，水蒸汽蒸馏法提取挥发油时，挥发油随蒸馏液的馏出符合指数函数规律。

由指数函数回归方程的数学模型，按工艺1的方法，假设共收集了n份蒸馏液，则其所提挥发油的量 D_n 可按下式计算：

$$D_n = \int_0^n 0.4625e^{-0.1597x} dx = 0.4525(1 - e^{-0.1597n})/0.1597 \quad (1)$$

而药材所含总的挥发油量 $D_{总}$ 为：

$$D_{总} = \int_0^{+\infty} 0.4625e^{-0.1597x} dx = 0.4525/0.1597 \quad (2)$$

由式1、2可计算收集n份蒸馏液挥发油的得率D%：

$$D\% = (1 - e^{-0.1597n}) \times 100\% \quad (3)$$

如欲提取挥发油总量的90%以上，由(3)式计算需收集15份以上的蒸馏液，即300 ml以上。而按处方设计，该药材量制得口服液总量为200 ml，收集300 ml蒸馏液还需进一步的处理，增加了工艺流程的复杂性，考虑生产成本的因素不可取。由于该药材量制得的口服液总量为200 ml，如提油时蒸馏液收集量大于200 ml，则需对蒸馏液进行浓缩而造成挥发油的再一次损失，同时也增加了工艺的成本，因此提油时蒸馏液的收集量应以少于200 ml为宜。考虑该制剂其余药材水提液的浓缩度问题，确定提油时以收集蒸馏液6份(即120 ml，相当于2倍药材量)为宜，代入(3)式，计算出该收集量的挥发油得率为61.64%，可满足制剂的要求。

3 讨论

中药材所含挥发油成分存在于药材细胞结构中。水蒸汽蒸馏时，挥发油必须由药材固相转移到水相中才能与水共沸馏出。而挥发油在水中的溶解度极低，其由完整细胞结构中溶解、扩散至水中的过程十分缓慢，故而收集的水蒸馏液中所含挥发油的含量很低。我们设想对药材先加热回流，使药材中挥发油成分充分溶解、扩

散出来再蒸馏，能够提高挥发油的收率。但实验结果表明：未采用加热回流而直接水蒸汽蒸馏提取挥发油的含量更高。其原因可能在于加热回流时间过长，回流装置气密性不佳，导致挥发油成分损失，这一问题值得进一步商榷。

通过工艺研究，我们发现：采用水蒸汽蒸馏法提取含挥发油成分的药材中的挥发油，其挥发油随蒸馏液的馏出量呈指数函数规律递减，可用指数函数模型模拟挥发油成分与水蒸馏的过程。本例中我们收集药材中所有挥发油即可推算出挥发油的得率公式，由此确定蒸馏液的收集量。此方法为制剂工艺研究提供了新的途径和思路，并为该制剂确定了挥发油提取的最佳工艺条件为：含挥发油药材加8倍量水，浸泡0.5 h，水蒸汽蒸馏，收集药材2倍量馏出液即可得大部分挥发油。

参考文献：

- [1] 阴健, 郭力弓. 中药现代研究与临床应用(1) [M]. 北京: 学苑出版社, 1993. 242, 328.
- [2] 黄海, 罗友丰, 陈志英, 等. SPSS 10.0 for Windows 统计分析[M]. 北京: 人民邮电出版社, 2001. 185.

参考文献：

- [1] 阴健, 郭力弓. 中药现代研究与临床应用(1) [M]. 北京: 学苑出版社, 1993. 242, 328.
- [2] 黄海, 罗友丰, 陈志英, 等. SPSS 10.0 for Windows 统计分析[M]. 北京: 人民邮电出版社, 2001. 185.

回结果列表