

小儿健脾消食口服液挥发油提取工艺研究

周本杰¹ 郭 谦² 渊第一军医大学珠江医院药剂科 冤 东 广州 510282 曰广州军区直属第一门诊部药局 冤 东 广州 510080 冤

摘要 目的 确定小儿健脾消食口服液挥发油提取的最佳工艺遥 方法 以两种水蒸汽蒸馏工艺提取含挥发油药材 袁紫外分光光度仪测蒸馏液中挥发油的含量 袁用 Exponential 曲线回归分析法建立挥发油馏出规律的数学模型遥 结果 水蒸汽蒸馏直接提取挥发油效果更佳 袁挥发油馏出量按指数函数规律递减 袁收集 2 倍量蒸馏液即可收集 61.64% 的挥发油遥 结论 加 8 倍量水 袁浸泡 0.5 h 尧加热蒸汽蒸馏 尧收集蒸馏液 2 倍量为最佳挥发油提取工艺遥

关键词 小儿健脾消食口服液 曰提取法 曰油类 袁挥发 / 分离和提纯 曰回归分析

中图分类号 渊 284.2 文献标识码 渊 文章编号 渊 000-2588(2003)10-1104-02

Study of the extraction technique of volatile oil from Chinese herbs for manufacturing Xiaojianpixiaoshi oral solution

ZHOU Ben-jie¹, GUO Qian²

¹Department of Pharmacy, Zhujiang Hospital, First Military Medical University, Guangzhou 510282; ²Department of Pharmacy, Out-patient Department of Guangzhou Command, Guangzhou 510080, China

Abstract: Objective To determine the optimal extracting technique for the volatile oil from the Chinese herbs for manufacturing Xiaojianpixiaoshi oral solution. Methods Two steam distillation processes were carried out to extract the volatile oil from three Chinese herbs. UV-spectrophotometry method was used to determine the oil content in the distillate, and the mathematical model was established according to volatile oil distillation process by exponential curve regression analysis. Result Direct extraction of the oil by means of steam distillation process was more workable, and the decrement of oil content conformed well with the exponential model. Collection of 2 volumes of the distillate resulted in the yield of volatile oil of 61.64%. Conclusion The optimal extraction of the volatile oil can be resulted from immersion of the drugs in 8 volumes of water for 0.5 h and collection of 2 volumes of the distillate.

Key words: Xiaojianpixiaoshi oral solution; extraction; oil, volatile/isolation and purification; regression analysis

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遥原方具有扶正固本 尧健脾助运之功用 袁治疗小儿体虚 尧自汗盗汗 尧易于感冒 尧食欲不振 尧消化不良等症候 袁经多年临床应用证实疗效确切 袁有较好开发利用价值和前景遥方中所含白术 尧防风等药材富含挥发油成分 袁现代药理研究证明具有一定的药理活性 遥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 袁收集其蒸馏液配入口服液中以保留这一类活性成分 遥为确立最佳工艺条件 袁我们分次收集药材蒸馏液 袁用紫外分光光度仪测定蒸馏液中挥发油的含量 袁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 袁求出挥发油得率 袁以确定蒸馏液的收集量遥

1 材料和方法

1.1 仪器和试剂

白术 尧防风 尧银柴胡等药材购于广州市医药公司 曰 UV-2100 可见紫外分光光度计 渊日本岛津 冤 所用试剂均为分析纯遥

1.2 方法

按处方量取白术 尧防风 尧银柴胡三味药材 60 g 袁共 2 份 尧加 8 倍量水 袁浸泡 0.5 h 遥分别按以下 2 种工艺方法提取挥发油遥工艺 1 渊为直接加热水蒸汽蒸馏 曰工艺 2 渊加热回流 1 h 后再改为水蒸汽蒸馏 遥两法分次收集馏出液 袁每次 20 ml 袁共 7 次 袁按次序编号遥各份馏出液分别用 10 ml 石油醚萃取 袁共 2 次 袁留石油醚层 遥精密吸取石油醚萃取液 3 ml 于 25 ml 量瓶中定容 袁于 200~400 nm 间测定 D₂₁₇ 渊以最大波长处的 D₂₁₇ 渊为挥发油的含量遥

2 结果

石油醚萃取液于 217 nm 处有最大吸收 袁各份蒸馏液中挥发油含量结果见表 1 遥工艺 1 中各次收集的蒸馏液挥发油含量均高于工艺 2 袁即直接水蒸汽蒸馏

收稿日期 渊 003-04-21

基金项目 渊 广东省中医药局 2002 年资助课题

Supported by Guangdong Provincial Administration of Traditional Chinese Medicine

作者简介 渊 周本杰 渊 967- 冤 男 袁湖南安仁人 袁 999 年毕业于广州中医药大学 尧 士 尧 副主任药师 尧 电话 渊 20-61643499

比加热回流后再收集蒸馏液的提取效率更佳因此在此工艺选择上将工艺 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表采用 SPSS10.0 统计软件对以上两工艺所得挥发油数据进行 Exponential $y = b_0 e^{b_1 x}$ 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工艺 1 和工艺 2 所拟合的回归方程分别为 $y = 0.4625 e^{-0.1597x}$ 和 $y = 0.3631 e^{-0.1807x}$ 其复相关系数分别为 0.978 4 和 0.991 3 方差分析结果 F 值分别为 111.954 7 和 284.006 5 $P < 0.01$ 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 可按式计算

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

而药材所含总的挥发油量 $D_{总}$ 为

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

由式 1 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药材挥发油药材加 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

咱暂 阴 健, 郭力弓. 中药现代研究与临床应用 [M]. 北京: 学苑出版社, 1993. 242, 328.
咱暂 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.