

· 论著 ·

复元醒脑颗粒的提取工艺研究

孙莉莉¹, 陈振翼², 秦春霞¹, 胡翔³, 方邦江², 李铁军¹ (1. 200125; 2. 200032; 3. 200125)

[摘要] 目的 研究复元醒脑颗粒的提取工艺。方法 采用正交试验法。结果 乙醇回流提取的最佳工艺为：第一次提取用80%乙醇，液料比为10:1，提取120 min；第二次提取用80%乙醇，液料比为8:1，提取60 min。水 decoction 提取的最佳工艺为：第一次提取用120 min，第二次提取用80 min，提取温度为100 ℃。乙醇沉淀的最佳工艺为：用80%乙醇，液料比为2:1，提取16 h。结论 该工艺符合《中国药典》2015年版(0104)的要求。

[关键词] 复元醒脑颗粒；提取工艺；正交试验法
[中图分类号] R284.2 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1006-0111(2018)02-0121-05
[DOI] 10.3969/j.issn.1006-0111.2018.02.006

Study on extraction technology of Fuyuan Xingnao granule

SUN Lili¹, CHEN Zhenyi², QIN Chunxia¹, HU Xiang³, FANG Bangjiang², LI Tiejun¹ (1. Department of Pharmacy, Punan Hospital of Pudong New Area, Shanghai 200125, China; 2. Longhua Hospital Affiliated to Shanghai Traditional Chinese Medicine University, Shanghai 200032, China; 3. Shanghai Zhongsheng Pharmaceutical Technology Co., Ltd., Shanghai 200125, China)

[Abstract] **Objective** To study the extraction technology and optimize the extraction process of Fuyuan Xingnao granule. **Methods** The preliminary extraction process was designed by routine extraction method combined with the results of pharmacological activity experiment. The extraction process was optimized with orthogonal test. **Results** The extract was obtained by ethanol reflux extraction, water decoction extraction or ethanol precipitation followed by filtration and concentration. The optimal process for ethanol reflux extraction was extracting twice with 80% ethanol. The ratio of liquor to dry material was 8:1 for the first time and 6:1 for the second time. The extraction time was 120 minutes for the first time and 80 minutes for the second time. The optimal process for water decoction extraction was extracting twice with 120 minutes and 80 minutes each time. The ratio of liquor to dry material was 10:1 for the first time and 8:1 for the second time. The extraction temperature was 100 ℃. The best ethanol precipitation process was 16 hour extraction with 80% ethanol. The ratio of ethanol to dry material was 2:1. **Conclusion** The quality of Fuyuan Xingnao granule extract with this optimized extraction process was in line with requirements of *Pharmacopoeia of the People's Republic of China* 2015, 4 Volumes(0104 granule).

[Key words] Fuyuan Xingnao granule; extraction; optimization; orthogonal test

[基金项目] 国家自然科学基金(2014—2016)(ZY3-JSFC-2-2007)
[作者简介] 孙莉莉, 女, 硕士, 主管药师, Email: sunlili3033@sina.cn
[通讯作者] 李铁军, 男, 博士, 教授, Email: 18930502906@163.com

1 材料与amp;方法

1.1 中药材

(批号:160802, 产地:安徽亳州市)。 (批号:160301)、 (批号:160601)、 (批号:160501)、 (批号:160401)

1.2 试剂

(批号:160608),

1.3 提取工艺路线

按照《中国药典》[2-6]，取药材4份，分别按1、2、3、4倍量加入80%乙醇，浸泡24h，超声提取2h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。1、2、3、4倍量加入80%乙醇，浸泡24h，超声提取2h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。15.00%。

1.4 提取工艺的优化

(MCAO)

取药材5.5g/kg，加入11g/kg乙醇，浸泡24h，超声提取3h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。

1.4.1

按照《中国药典》[7]，取药材20g，加入18g、30g、68g乙醇，浸泡24h，超声提取2h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。1、2、3、4倍量加入80%乙醇，浸泡24h，超声提取2h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。

表1 乙醇回流提取工艺正交试验表

	A	B	C	D
		(t/min)	(%)	
1	1	120	50	4
2	2	80	65	6
3	3	40	80	8

按照《中国药典》[7]，取药材20g，加入18g、30g、68g乙醇，浸泡24h，超声提取2h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。1、2、3、4倍量加入80%乙醇，浸泡24h，超声提取2h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。

1.4.2

按照《中国药典》[7]，取药材20g，加入18g、30g、68g乙醇，浸泡24h，超声提取2h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。1、2、3、4倍量加入80%乙醇，浸泡24h，超声提取2h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。

表2 水煎煮提取工艺正交试验表

	A	B	C	D
		(t/min)		(t/°C)
1	1	40	6	80
2	2	80	8	90
3	3	120	10	100

按照《中国药典》[7]，取药材24g，加入18g、42g乙醇，浸泡24h，超声提取2h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。1、2、3、4倍量加入80%乙醇，浸泡24h，超声提取2h，过滤，合并滤液，浓缩至相对密度1.05，干燥，得提取物。

1.4.3

表5 乙醇回流提取工艺正交试验的验证试验结果(%)

	R _{g1}	R _{b1}	R ₁	R _{g1} , R _{b1} , R ₁
1	1.62	1.59	0.27	3.48 23.09 9.36
2	1.48	1.45	0.24	3.17 23.09 9.15

2.2.2

25.71% 25.48% , 0.44% , 8.02
7.95。

2.3 乙醇沉淀工艺的优化

2.3.1

。 ; 2 ; B>A>C, (P<0.05),
1 120 min, 2 80 min ;
100 °C ; 1 10 , 2 8 。 70% ~ 80% ,
6。 16 h, 1~2 , 7。

表6 水煎煮提取工艺 L₉ (3⁴) 正交试验结果(%)

	A	B	C	D			
1	1	1	1	1	0.24	14.29	4.46
2	1	2	2	2	0.31	17.62	5.51
3	1	3	3	3	0.35	18.81	5.89
4	2	1	2	3	0.49	22.14	6.93
5	2	2	3	1	0.34	23.81	7.38
6	2	3	1	2	0.24	22.62	6.96
7	3	1	3	2	0.40	25.00	7.78
8	3	2	1	3	0.28	28.10	8.63
9	3	3	2	1	0.35	23.57	7.32
K ₁	15.86	19.17	20.05	19.16			
K ₂	21.27	21.52	19.76	20.25			
K ₃	23.73	20.17	21.05	21.45			
R	7.87	2.35	1.29	2.29			

表7 乙醇沉淀工艺 L₉ (3⁴) 正交试验结果(%)

	A	B	C	D	R _{g1}	R _{b1}	R ₁	R _{g1} , R _{b1} , R ₁
1	1	1	1		0.10	0.26	0.06	0.42 20.45 6.43
2	1	2	2		0.14	0.34	0.07	0.55 17.27 5.57
3	1	3	3		0.11	0.31	0.07	0.49 15.18 4.90
4	2	1	2		0.12	1.45	0.06	1.63 18.00 6.54
5	2	2	3		0.15	0.58	0.03	0.76 17.45 5.77
6	2	3	1		0.15	0.78	0.04	0.97 17.09 5.81
7	3	1	3		0.13	0.35	0.01	0.49 18.00 5.74
8	3	2	1		0.18	0.39	0.02	0.59 15.81 5.16
9	3	3	2		0.15	0.35	0.04	0.54 16.45 5.31
K ₁	16.90	18.71	17.40					
K ₂	18.12	16.50	17.42					
K ₃	16.21	16.02	16.41					
R	1.91	2.69	1.01					

2.3.2

80% , 2

, , 16 h (8)。

