

# 逍遥颗粒中薄荷挥发油提取工艺研究

彭修娟<sup>1</sup> 杨新杰<sup>2</sup> 王月茹<sup>1</sup>

(1 陕西国际商贸学院, 咸阳, 712046; 2 陕西中医学院, 咸阳, 712046)

**摘要** 目的: 优选逍遥颗粒中薄荷挥发油的最佳提取工艺。方法: 采用水蒸气提取法提取逍遥颗粒中薄荷挥发油, 以挥发油提出量为评价指标, 采用单因素法结合正交试验设计优选最佳提取工艺。结果: 逍遥颗粒中薄荷挥发油的最佳提取工艺为: 加水 12 倍量, 浸泡 4 h 后, 提取 4 h。结论: 本次实验结果可以为逍遥颗粒中薄荷挥发油提取工艺的确定提供科学依据。

**关键词** 逍遥颗粒; 薄荷挥发油; 最佳提取工艺

## Study on Optimum Extraction of Volatile Oils of Peppermint from Xiaoyao Granules

Peng Xiujian<sup>1</sup>, Yang Xinjie<sup>2</sup>, Wang Yueru<sup>1</sup>

(1 Shaanxi Institute of International Trade & Commerce, Xianyang 712046, China;

2 Shaanxi College of Traditional Chinese medicine, Xianyang 712046, China)

**Abstract Objective:** To study the best extraction method and process of volatile oils of peppermint leaves from Xiaoyao granules. **Methods:** The optimum process was determined by a single factor method combined with an orthogonal test with the amount of volatile as determination marker. **Results:** The results indicated the optimal water-extraction process was as follows: the water amount was 12 times of the traditional Chinese drugs; the soaking time was 4 hours; the extraction shall last 4 hours. **Conclusion:** Considering the demand of manufacture, the extraction process is rational, practical and effective.

**Key Words** Xiaoyao granules; Volatile oils of peppermint leaves; Optimum Extraction

中图分类号: R284.2 文献标识码: A doi: 10.3969/j.issn.1673-7202.2015.02.026

逍遥颗粒是在逍遥散基础上经适宜工艺加工而成的中药复方颗粒剂。逍遥散始见于宋·《太平惠民和剂局方》卷九, 为疏肝解郁、养血健脾的代表方, 更是妇科调经的常用方。清·汪昂在《医方集解》中对其方解曰: “肝虚则血病, 当归、芍药养血而敛阴; 木盛则土衰, 甘草、白术和中而补土; 柴胡升阳散热, 合芍药以平肝, 而使木得条达; 茯苓清热利湿, 助甘草、白术以益土, 而令心气安宁; 生姜暖胃祛痰, 调中解郁; 薄荷搜肝泻肺, 理血消风。疏逆和中, 诸证自己, 所以有逍遥之名”。近年药理研究和临床实践发现, 逍遥散及其衍生方不但可以治疗围绝经期综合征、乳腺增生、月经不调、痛经等妇科疾病<sup>[1-4]</sup> 以及脂肪肝、慢性肝炎等肝病<sup>[5-6]</sup>, 对抑郁症、老年性痴呆、胃肠疾病等病症也有明显的治疗作用<sup>[7-9]</sup>。

逍遥颗粒为申报已有国家标准的药品, 原工艺中薄荷提取挥发油, 缺少影响挥发油提取的关键参数: 浸泡时间、加水量、提取时间。为了使本品生产工艺合理, 产品均一, 有效成分相对一致, 产品稳定性好。我们在中医药理论指导下及现代药学研究的基础上, 对挥发油提取工艺的进行了研究, 现介绍如

下。

## 1 仪器、试剂

挥发油提取器(上海玻璃仪器厂); 调温电热套(北京科伟仪器有限公司); 薄荷药材购于陕西昊源中药饮片有限公司。

## 2 实验方法与结果

2.1 处方组成<sup>[10]</sup> 柴胡 143 g、当归 143 g、白芍 143 g、白术(炒) 143 g、茯苓 143 g、甘草(蜜炙) 114.4 g、薄荷 28.6 g。

2.2 实验方法 挥发油提取参照 2010 版《中华人民共和国药典》一部附录 XD 挥发油测定法进行<sup>[11]</sup>。按 10 倍处方量称取薄荷药材共计 286 g, 置 5 000 mL 容量的硬质烧瓶中, 加入适量的水, 连接挥发油测定器, 自测定器上端加水使充满刻度部分并溢流入烧瓶时为止, 然后连接回流冷凝管。置电热套中加热至沸, 调温并保持微沸一定时间, 停止加热, 放置 1 h, 再开启活塞使油层下降至其上端恰与刻度 0 线平齐, 读取挥发油量。

## 2.3 实验内容

2.3.1 单因素考察 资料研究表明, 挥发油的得率

与其粉碎度、加水量、浸泡时间、蒸馏时间有关,因此首先通过单因素实验考察处方中薄荷挥发油的提取工艺。

2.3.1.1 浸泡时间的考察 称取 10 倍处方量的薄荷 6 份,分别加 10 倍量水,按拟定方案浸泡不同时间后,提取 4 h,记录收油量 (mL),以考察浸泡时间对挥发油收量的影响。见表 1。

表 1 浸泡时间对挥发油提出量的影响

试验号	药材量 (g)	浸泡时间 (h)	提取时间 (h)	挥发油提出量 (mL)
1	286	0	4	2.12
2	286	2	4	2.47
3	286	4	4	2.75
4	286	6	4	2.77
5	286	8	4	2.78
6	286	10	4	2.78

由表 1 结果可知,挥发油的提取量随着浸泡时间的延长而增大,在 8 h 达到最大,再至 10 h 挥发油的提取量基本保持不变,可能是因为在 8 h 薄荷药材细胞已达到充分溶胀的缘故。此外,由表中数据看出,浸泡时间达到 4 h,收油量为 2.75 mL,而从 4 h 到 10 h 的收油量相差不大,本着工业生产节约的原则,可认为 4 h 薄荷药材已浸透完全,可作为最佳提取时间。

2.3.1.2 加水量的考察 称取 10 倍处方量的薄荷 18 份,分别加水 4 倍、6 倍、8 倍、10 倍、12 倍和 14 倍量(药材已充分浸泡吸水),水蒸汽提取 4 h,考察不同加水量对挥发油提出量的影响,记录不同加水量的收油量 (mL),计算累积收油率 (%)。见表 2。

表 2 不同加水量对挥发油提出量的影响

实验号	药材量 (g)	挥发油提出量 (mL)					
		4 倍量	6 倍量	8 倍量	10 倍量	12 倍量	14 倍量
1	286	2.20	2.43	2.61	2.73	2.80	2.82
2	286	2.19	2.44	2.60	2.77	2.81	2.81
3	286	2.22	2.42	2.62	2.78	2.79	2.79
平均	286	2.20	2.43	2.61	2.76	2.80	2.81
累积收油率		78.57%	86.79%	93.21%	98.57%	100.0%	

由表 2 结果可见,加水量达到 12 倍时,累积收油率趋于稳定,14 倍时不再增加,故可认为加水量达 12 倍时累积收油率为 100%。

2.3.1.3 提取时间的考察 称取 10 倍处方量的薄荷 18 份,分别加 10 倍量水提取挥发油,考察不同提取时间,即在 1 h、2 h、4 h、6 h、8 h 和 10 h 对挥发油收油量的影响,记录不同时间的收油量 (mL),计算累积收油率 (%)。见表 3。由表 3 结果可见,提取时间对挥发油收率影响较大,提取 8 h 后收油量

趋于稳定,10 h 后不再增加,确定 8 h 累积收油率为 100%。

表 3 不同提取时间对挥发油提出量的影响

实验号	投药量 (g)	挥发油提出量 (mL)					
		1 h	2 h	4 h	6 h	8 h	10 h
1	286	1.66	2.05	2.75	2.83	2.83	2.34
2	286	1.68	2.05	2.78	2.81	2.86	2.35
3	286	1.68	2.04	2.76	2.77	2.87	2.37
平均	286	1.67	2.05	2.76	2.80	2.85	2.35
累积收油率 (%)		58.60%	71.93%	96.84%	98.25%	100%	

2.3.2 正交试验 在单因素实验的基础上,结合生产实际,选择选择对挥发油提取率影响较大的浸泡时间、加水量(倍)、提取时间作为考察因素,设定三个水平,用  $L_9(3^4)$  正交设计实验表安排试验,以挥发油提取量为考察指标。见表 4。

表 4 正交试验因素水平表

水平	因素		
	A 提取时间	B 浸泡时间	C 加水量(倍)
1	4	2	8
2	6	4	10
3	8	6	12

注:提取时间为沸腾后时间,检测指标为挥发油冷却后的体积。

2.3.3 正交实验结果及方差分析 按正交表 5 所列各因素水平实验条件,以挥发油提出量为考察指标进行试验,正交实验结果见表 5,方差分析结果见表 6。

表 5 正交表和实验结果

试验序号	因素				挥发油提出量 (mL)
	A	B	C	空列	
1	1	1	1	1	1.86
2	1	2	2	2	3.03
3	1	3	3	3	2.14
4	2	1	2	3	2.07
5	2	2	3	1	2.86
6	2	3	1	2	2.00
7	3	1	3	2	2.90
8	3	2	1	3	1.72
9	3	3	2	1	2.72
$K_1$	7.03	6.83	5.58	7.44	
$K_2$	6.93	7.61	7.82	7.93	
$K_3$	7.34	6.86	7.90	5.93	
R	0.95	0.78	2.32	2.00	

表 6 正交试验方差分析结果

方差来源	离均差平方和 SS	自由度	方差 MS	F 值	显著性
A	0.03	2	0.02	0.06	**
B	0.13	2	0.63	1.75	**
C	1.16	2	0.58	1.61	**
误差	0.72	2	0.36		

注: $F_{0.05}(2,2) = 19.00, F_{0.1}(2,2) = 45.00$ 。

表5正交试验结果显示,以挥发油提出量为考察指标,各因素的影响顺序为 $C > A > B$ ,其提取条件以 $A_3B_2C_3$ 为佳,即加水12倍量,浸泡4h后,提取8h。表4方差分析结果表明A、B、C3个因素对薄荷中挥发油的提取具有显著地影响。但考虑到单因素试验中,提取到4h,累积收油率已达96.84%,能基本满足提取要求,从工业化大生产节省能源、缩短工时方面考虑,因此确定挥发油提取的优化工艺为加水12倍量,浸泡4h后,提取4h。

2.4 工艺条件验证 取10倍处方量的薄荷药材共3份。按所优选的工艺条件进行验证实验。见表7。

表7 提取工艺验证结果表

试验号	挥发油提出量(mL)	RSD(%)
1	2.81	1.99
2	2.74	
3	2.85	
平均值	2.80	

从表7可见,验证结果与试验结果基本一致,说明工艺合理可行,因此逍遥颗粒中薄荷挥发油的最佳提取工艺为:加水12倍量,浸泡4h后,提取4h。药渣保存待用。本次试验所确定的工艺条件重现性好、可操作性强,可进行扩大生产。

### 3 结果与讨论

1)实验过程中发现,粉碎的薄荷粗粉质轻,漂于水面上不宜浸透,故本实验过程中将薄荷药材简单破碎后即浸泡、提取,未进行粉碎度的单因素考察。

2)文献报道,在样品浸泡时间加入少量氯化钠的物质,能提高挥发油的得率,这有待于下一步实验

研究。

3)通过正交实验和验证实验表明薄荷挥发油的提取工艺是科学的、可行的,影响挥发油提取的主要因素为加水量,其次是提取时间、浸泡时间。提取的最佳工艺为加水12倍量,浸泡4h后,提取4h。

### 参考文献

- [1]唐柏平,龙翠仙.逍遥丸治疗围绝经期综合症322例[J].湖南中医杂志,2005,21(4):54.
- [2]赵献萍,何江英.逍遥散加减治疗乳腺增生病的临床疗效分析[J].河南中医学院学报,2009,24(5):62-63.
- [3]陈金金,许瑞,刘云肖,等.逍遥散治疗高考女生肝郁型月经不调的临床研究[J].河北中医药学报,2012,27(2):19-20.
- [4]王春霞,李永伟.逍遥散加减治疗痛经的临床应用[J].四川中医,2008,26(3):85.
- [5]于汝胜,李福周.逍遥散加减治疗脂肪肝64例[J].河北中医,2006,28(8):601.
- [6]夏珂,张宁,王业秋,等.昼夜给予逍遥散对肝损伤大鼠的保护作用[J].中国实验方剂学杂志,2010,16(7):168-170.
- [7]徐寅平.逍遥散治疗抑郁症32例[J].中医杂志,2009,50(6):525.
- [8]吴红彦,王虎平.以肝脾论治老年性痴呆及逍遥散对老年痴呆模型小鼠学习记忆能力、中枢胆碱能神经活性的影响[J].中国实验方剂学杂志,2010,5(16):190-192.
- [9]金若敏,黄莉,周婉.中药逍遥片改善正常或脾虚小鼠肠运动相关功能[J].中国临床康复,2003,7(24):33161.
- [10]中华人民共和国卫生部.中华人民共和国卫生部药品标准:中药成方制剂[S].第十五册,WS3-B-2968-98.
- [11]国家药典委员会.中华人民共和国药典(一部)[S].2010年版.北京:中国医药科技出版社,2010.

(2014-04-15 收稿 责任编辑:曹柏)

(上接第254页)

- [3]张晓红,何中石,徐晓明,等.高效液相色谱法测定黄柏中盐酸小檗碱含量的不确定度评估[J].光谱实验室,2012,29(1):419-422.
- [4]高聪颖,许闽,周梯强,等.四方胃胶囊中盐酸小檗碱的含量测定[J].中医学报,2013,28(12):1860-1861.
- [5]李文连,徐辉,明晓峰.HPLC法测定黄连上清丸(水丸)盐酸小檗碱含量[J].中国药品标准,2006,7(1):21-23.
- [6]上官一平,方鲜枝.反相高效液相色谱法测定黄连中盐酸小檗碱含量[J].中国药业,2006,15(20):18-19.
- [7]吕换地,史奕,张景,等.黄连中盐酸小檗碱含量检验方法的对比与研究[J].科技信息:科学教研,2007,14(17):29-30.
- [8]邹红,梅静,许腊英.不同炮制工艺对黄连中盐酸小檗碱含量的影响[J].湖北中医学院学报,2008,10(1):36-38.
- [9]乐辉.HPLC法测定盐酸黄连素溶液中盐酸小檗碱含量[J].中国

药师,2009,12(4):541-542.

- [10]潘佑找,何晓衡,杨凯.HPLC法测定黄连盐酸小檗碱含量[J].安徽农学通报:上半月刊,2009,15(19):184-186.
- [11]杨燕飞.RP-HPLC同时测定坤泰胶囊中芍药苷、黄芩苷、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱含量[J].中成药,2010,32(6):958-960.
- [12]徐宁.紫外分光光度法测定黄柏中盐酸小檗碱含量[J].中国药业,2010,20(12):48-49.
- [13]李洪亮,程齐来,张道英.RP-HPLC测定黄连上清片中盐酸小檗碱含量[J].光谱实验室,2010,27(4):1423-1426.
- [14]杨协清,宋月琴.HPLC法测定三黄胶囊中盐酸小檗碱含量[J].中药材,2010,33(6):1001-1002.
- [15]吕长淮.盐酸小檗碱含量测定方法概述[J].中国医药导报,2010,7(33):141-142.

(2014-04-26 收稿 责任编辑:王明)