

# 基于药用价值的金果榄凝胶剂制备及质量评价

张嗣伟<sup>1</sup>, 郭振超<sup>1\*</sup>, 常莹莹<sup>1</sup>, 刘鑫<sup>1</sup>, 杨新明<sup>2</sup>, 张新勇<sup>1</sup>

<sup>1</sup>安徽科技学院生命与健康科学学院, 安徽 滁州

<sup>2</sup>安徽科技学院马克思主义学院, 安徽 滁州

收稿日期: 2023年10月13日; 录用日期: 2023年11月10日; 发布日期: 2023年11月20日

## 摘要

本研究以金果榄和冰片为原料, 制备一种金果榄凝胶, 对其提取工艺优化并做出质量评价。方法: 采用正交实验法, 研究最佳的金果榄浸提工艺, 以获得最佳色泽的液, 后加入冰片、聚乙烯醇缩甲醛等辅料, 再通过一定的浓缩加热, 即得。结果: 在以25℃为提取温度、1:4为固液比、浸提时间48 h时, 获得的金果榄凝胶在颜色、粘度、性状各方面都是最佳的。冰片40%、聚乙烯醇缩甲醛40%时, 所得到的金果榄凝胶的性状最佳。结论: 在温度为25℃, 固液比为1:4, 浸提时间为48 h时有最优实验方案。针对金果榄的提取工艺, 采取正交试验的方法来进行研究, 可以最大程度对试验结果进行系统检测、鉴定和分析, 为金果榄新剂型的开发和利用提供科学依据。

## 关键词

金果榄, 凝胶剂, 提取工艺, 正交试验

# Preparation and Quality Evaluation of *Radix tinosporae* Gel Based on Medicinal Value

Siwei Zhang<sup>1</sup>, Zhenchao Guo<sup>1\*</sup>, Yingying Chang<sup>1</sup>, Xin Liu<sup>1</sup>, Xinming Yang<sup>2</sup>, Xinyong Zhang<sup>1</sup>

<sup>1</sup>School of Life and Health, Anhui Science and Technology University, Chuzhou Anhui

<sup>2</sup>School of Marxism, Anhui Science and Technology University, Chuzhou Anhui

Received: Oct. 13<sup>th</sup>, 2023; accepted: Nov. 10<sup>th</sup>, 2023; published: Nov. 20<sup>th</sup>, 2023

## Abstract

In this paper, a kind of *Radix tinosporae* gel was prepared with *Radix tinosporae* and borneol as  
\*通讯作者。

文章引用: 张嗣伟, 郭振超, 常莹莹, 刘鑫, 杨新明, 张新勇. 基于药用价值的金果榄凝胶剂制备及质量评价[J]. 生物过程, 2023, 13(4): 161-169. DOI: 10.12677/bp.2023.134023

raw materials, and the quality evaluation of its better extraction process and method was made. **Method:** Use orthogonal experiment method to study the best extraction process of *Radix tinosporae* ram to obtain the best color and luster, then add borneol, polyvinyl acetaldehyde and other auxiliary materials, and then pass certain concentration and heating, namely *Radix tinosporae* gel. **Results:** When the extraction temperature was 25°C, the solid-liquid ratio was 1:4, and the extraction time was 48 h, the *Radix tinosporae* gel obtained was the best in terms of color, viscosity, and properties. When borneol was 40% and polyvinyl acetal was 40%, the properties of the *Radix tinosporae* gel obtained were the best. **Conclusion:** According to the above factors, there was an optimal experimental design when the temperature was 25°C, the solid-liquid ratio was 1:4, and the extraction time was 48 h. For the extraction process of *Radix tinosporae*, the orthogonal test method was adopted to conduct research, which could provide a scientific basis for the development and utilization of *Radix tinosporae* to the greatest extent, and conduct accurate systematic detection, identification and analysis of the test results.

## Keywords

*Radix tinosporae*, Gel, Extraction Process, Orthogonal Test

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

金果榄(*Radix tinosporae*)是金果榄或者青牛胆经过干燥处理的块根,别名金桔榄山慈姑、九龙胆、金牛胆、地苦胆等,属防己科青牛胆[1]。主产于四川、广东、广西、贵州等省,生于岩石旁的红土地,或灌木丛及稀疏的丛林中,常在秋冬两个季节进行采挖,除去须根和茎,洗净,晒干[2]。金果榄性苦寒,归于肺经。金果榄具有清热解毒,利咽止痛之功效;金果榄中主要含有生物碱、二萜类、甾醇类等化学成分,历版《中国药典》均有收载[3]。现代药理研究认为金果榄所含生物碱类活性成分,可用于治疗各种炎症、咽喉肿痛、急性胃肠炎、痈疽疔毒、泄泻、痢疾、脘腹热痛等[4][5]。

凝胶剂系指药物与能形成凝胶的辅料制成溶液、混悬或乳状液型的稠厚液体或半固体制剂。水性凝胶基质[6][7]具有以下优点:① 无油腻感,易于涂展,易于洗除;② 能吸收组织渗出液,不妨碍皮肤正常功能;③ 稠度小,利于药物释放,特别是水溶性药物的释放。水性凝胶基质可使用天然、半合成及合成高分子材料。常用的海藻酸盐、明胶、果胶、纤维素衍生物、淀粉及其衍生物、聚维酮、聚乙烯醇、聚丙烯酸类如卡波姆、聚丙烯酸等[8]。

环境敏感水凝胶也称为智能水凝胶,可对物理刺激、化学刺激和生化刺激等产生响应,发生体积变化、凝胶-溶胶转变等物理结构和化学性质的突变。如聚丙烯酸类、壳聚糖衍生物、海藻酸、改性纤维素等 pH 敏感型水凝胶,以及泊洛沙姆 127 等温度敏感型水凝胶[9][10][11]。

本试验主要原料为金果榄和冰片,在单因素分析的基础上,设计正交实验探索最优提取生产工艺,分别以温度、固液比、浸提时间为影响因子探究金果榄凝胶的最优配方条件[12][13][14][15]。

## 2. 实验仪器和材料

### 2.1. 实验材料

实验供试品金果榄和冰片采购于安徽省亳州市康美药材市场,经安徽科技学院中药实验室鉴定后确定为真品。

金果榄(*Radix tinosporae*)

冰片(Borneol)

## 2.2. 实验设备

所用到的实验设备如表 1 所示。

**Table 1.** Experimental equipment

**表 1.** 实验设备

序号	名称	型号	厂家
1	粉碎机	H800Y 型	武义海纳电器有限公司
2	真空抽滤机	CB05-VF214 型	北京中西远大科技有限公司
3	高效液相色谱仪	UltiMate M3000	戴安中国有限公司
4	分析天平	AR2140 型	上海精密科学仪器有限公司
5	数显恒温水浴锅	756MC 型	上海精密科学仪器有限公司

## 3. 实验方法

### 3.1. 凝胶的制备

金果榄凝胶主要组成：金果榄、冰片、聚乙烯醇缩甲醛。

制法：① 将金果榄粉碎成粗粉，用乙醇充分浸泡湿润，过夜浸渍 48 h；

② 收集第一次的滤液约 500 mL，保存至新的容量瓶，再接着渗滤，待到滤液几近无色，收集第二次的滤液；

③ 压榨渗滤筒内的金果榄粉渣，将压出的液体与第二次的滤液合并，在 60℃ 的温度下浓缩到相对密度为 1.31 的粘稠的膏状体；

④ 加入第一次得到的滤液 500 mL，充分混匀，再加入冰片混匀，加入聚乙烯醇缩甲醛混匀；

⑤ 加乙醇混匀，静置等待，在将得到的产物过滤，即得。

### 3.2. 金果榄凝胶的单因素试验

#### 3.2.1. 温度对浸提效果的影响

精密称取 5 份金果榄粉，每份平均 20 g，加入乙醇，分别置于 4℃、10℃、25℃、40℃，在相应温度下浸提，收集对应的滤液保存至相应的容器中，然后由性状判断最佳提取温度。

### 3.2.2. 固液比对浸提效果的影响

精密称取 5 份金果榄粉, 每份平均 20 g, 按照固液比 1:2、1:3、1:4、1:5、1:6, 分别加入乙醇 40 mL、60 mL、80 mL、100 mL、120 mL, 25℃浸提 24 h。最后, 收集滤液后, 由滤液的颜色, 来确定最合适的浸提固液比。

### 3.2.3. 浸提时间对浸提效果的影响

精密称取 5 份金果榄粉, 每份平均 20 g, 加入乙醇 100 mL, 浸提时间分别为 5 h, 10 h, 24 h, 48 h。最后, 通过观察, 由滤液的颜色, 来确定最合适的浸提时间。

## 3.3. 金果榄凝胶的混合调配

将上述试验所确定最佳工艺的金果榄渗滤液与冰片、聚乙烯醇缩甲乙醛按照一定比例调配, 先通过单独成分试验后, 再通过正交试验, 以此来获得色泽、粘度、药效俱佳的配方。

## 3.4. 金果榄凝胶的质量评价

本研究主要从金果榄凝胶色泽、粘度、药效三个方面对金果榄凝胶进行评价, 以及对金果榄凝胶的色泽、澄明度、香味、作用效果四个方面对金果榄凝胶进行评价。随机邀请 20 名同学(男女生各 10 人)打分取均值进行评价(见表 2、表 3)。

**Table 2.** A rating sheet for *Radix tinosporae* gel

**表 2.** 金果榄凝胶的评分表

评判指标	分数	评分标准
色泽 (30 分)	20~30	色泽透明、颜色呈现金黄色
	10~19	色泽透明、颜色深黄色
	1~9	色泽不透明、颜色极淡或极深
粘度 (30 分)	20~30	粘度极佳
	10~19	粘度一般
	1~9	基本无粘度
可成型 (40 分)	30~40	性状过硬
	15~29	完美成胶状
	1~14	不能成型

**Table 3.** A rating sheet for *Radix tinosporae* gel

**表 3.** 金果榄凝胶的评分表

评判指标	分数	评分标准
色泽 (20 分)	1~9	凝胶颜色极淡
	20~30	凝胶澄清透明
澄明度 (20 分)	10~19	凝胶底部略有浑浊
	1~9	凝胶浑浊较明显
粘度 (20 分)	20~30	粘度较好
	10~19	粘度偏淡
	1~9	基本无粘度
性状 (40 分)	30~40	凝胶性状适中
	15~29	凝胶略硬
	1~14	凝胶略软

### 3.5. 金果榄凝胶的正交试验

正交试验是研究多因素多水平的一种设计方法,它是根据正交性从全面试验中挑选出部分有代表性的点进行试验,这些点具备“均匀分散,齐整可比”的特点。正交试验是分式析因设计的主要方法[16][17],也是一种高效率、快速、经济的实验方法。分析各组试验的结果并设计正交实验用于研究冰片加入量、聚乙烯醇缩甲醛加入量对金果榄凝胶质量的影响,确定金果榄凝胶的最佳配方。

## 4. 结果与分析

### 4.1. 金果榄凝胶的单因素试验结果

#### 4.1.1. 温度对浸提效果的影响

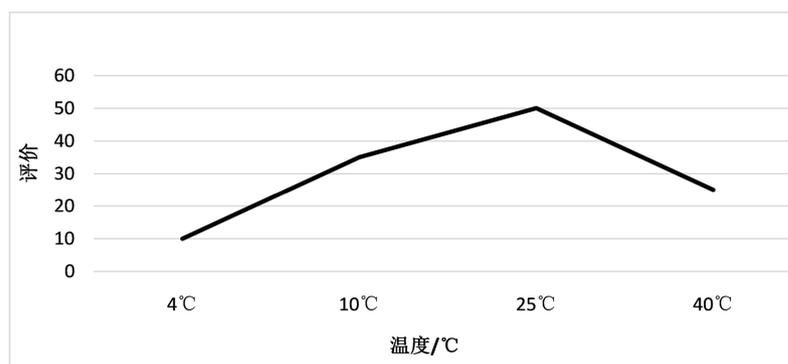


Figure 1. Effect of temperature on quality evaluation of *Radix tinosporae* gel  
图 1. 温度对金果榄凝胶质量评价的影响

由图 1 可知,当温度在 10°C~25°C 时,金果榄凝胶的评分逐渐增高。此时,金果榄凝胶表现出明亮的金色。之后随着温度逐渐增加,金果榄凝胶的评分降低。可能是温度过高导致凝胶颜色加深。因此,25°C 为凝胶提取的最佳温度。

#### 4.1.2. 固液比对浸提效果的影响

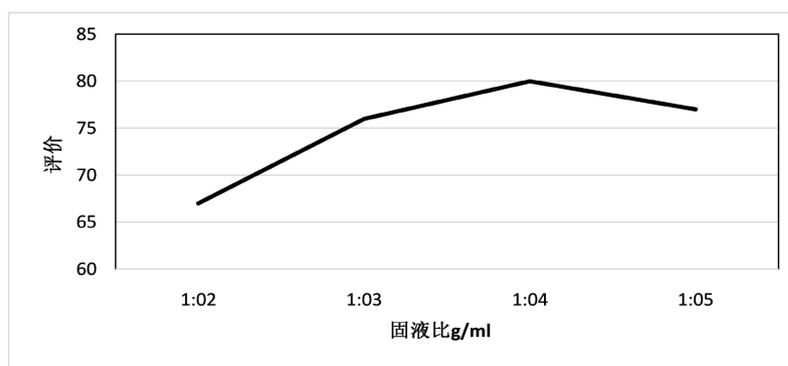
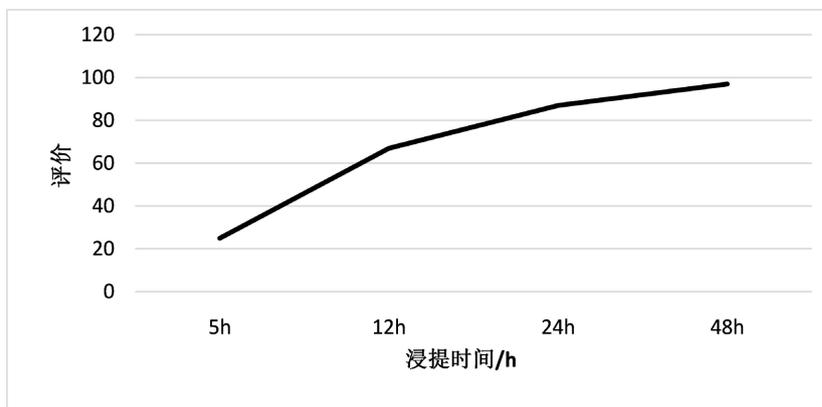


Figure 2. Effect of solid-liquid ratio on quality evaluation of *Radix tinosporae* gel  
图 2. 固液比对金果榄凝胶质量评价的影响

由图 2 可知,当固液比达到 1:4 的时候,金果榄凝胶的评分达到最高。此时,金果榄凝胶表现出明亮的金色,而且乙醇的多少会直接影响到凝胶的通透性,乙醇过多会导致颜色偏淡。否则,反之。因此,

1:4 即为凝胶提取的最佳的固液比。

#### 4.1.3. 时间对浸提效果的影响



**Figure 3.** Effect of extraction time on the quality evaluation of *Radix tinosporae* gel  
**图 3.** 浸提时间对金果榄凝胶质量评价的影响

由图 3 反应出的试验数据可得,当金果榄粉浸提了 48 h 时,金果榄凝胶的评分达到最高。在 48 h 后,金果榄凝胶表现出明亮的金色,且凝胶的通透性液和浸提时间有着很大的关系,浸提时间再加长,会导致凝胶性状变差,凝胶颜色也会加深。因此,48 h 为凝胶提取的最佳浸提时间。

## 4.2. 金果榄凝胶的正交试验结果

### 4.2.1. 金果榄凝胶的正交设计

分析之前每个影响条件试验的结果,并在已有的基础上进行正交设计,以此来研究温度、固液比、浸提时间这三个因素对金果榄凝胶性状的作用,即可以确定金果榄凝胶的最佳制备方法。正交试验设计表如表 4。

**Table 4.** Level table of factors in the orthogonal test of *Radix tinosporae* gel  
**表 4.** 金果榄凝胶正交试验因素水平表

水平	A 浸提温度/°C	B 固液比 g/ml	C 时间/h
1	10	1:30	12
2	25	1:40	24
3	40	1:50	48

### 4.2.2. 金果榄凝胶正交试验设计的结果

**Table 5.** Results of orthogonal test of *Radix tinosporae* gel  
**表 5.** 金果榄凝胶的正交试验结果

试验号	A	B	C	评价
1	1 (10°C)	1 (3:1)	1 (12 h)	73.6
2	1	2 (4:1)	2 (24 h)	72.2

Continued

3	1	3 (5:1)	3 (48 h)	75.3
4	2 (25℃)	1	2	79.4
5	2	2	3	86.4
6	2	3	1	80.3
7	3 (40℃)	1	3	75.8
8	3	2	1	74.6
9	3	3	2	73.1
均值 1	73.7	76.267	76.167	
均值 2	82.033	77.733	74.9	
均值 3	74.5	76.233	79.167	
极差	8.333	1.5	4.267	

按照三种条件三种水平因素操作正交试验，得到数据如表 5。由表 5 可以看出，在进行金果榄凝胶的试验过程中，各个因素对试验的影响效果是不同的，影响因素最高的是浸提温度，其次是浸提时间，影响因素最小的是固液比。由高到低顺序分别为：浸提温度 > 浸提时间 > 料液比。由正交试验的结果，可得出金果榄凝胶的最佳工艺配方为  $A_2B_2C_3$ ，即温度设置在 25℃、料液比固定在 1:4，浸提时间设置在 48 h。

### 4.3. 添加冰片和聚乙烯醇缩甲醛对金果榄凝胶的影响

#### 4.3.1. 冰片加入量对评价的整体影响

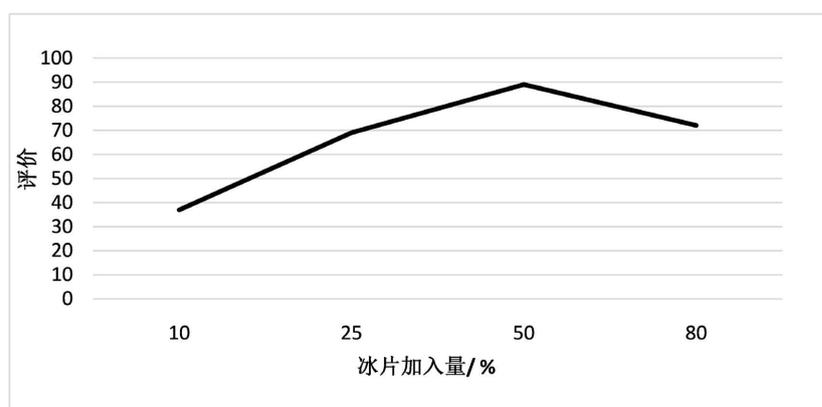
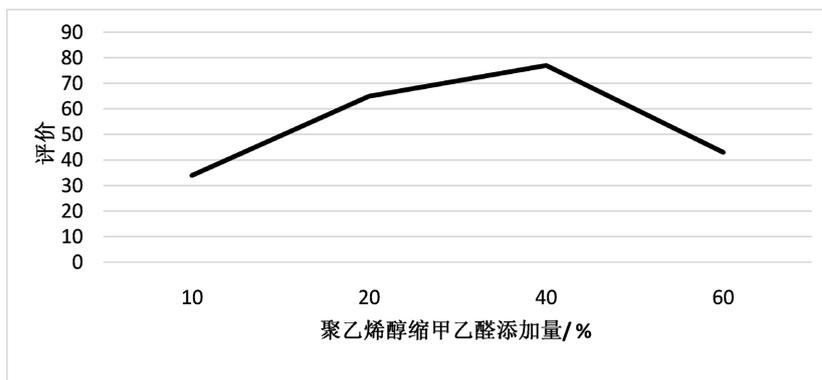


Figure 4. The overall effect of borneol addition amount on quality evaluation

图 4. 冰片加入量对质量评价的整体影响

根据图 4 可得，当冰片加入量在 10%~50% 范围内，金果榄凝胶的评价会越来越高。此时，金果榄凝胶色泽呈现出金黄色，随着冰片添加量逐渐增加时，颜色偏深，金果榄凝胶的评价得分降低，因此，冰片最佳添加量为 50% [18] [19]。

### 4.3.2. 聚乙烯醇缩甲醛加入量对评价的整体影响



**Figure 5.** The overall effect of the amount of polyvinyl methaldehyde added on the quality evaluation

**图 5.** 聚乙烯醇缩甲醛加入量对质量评价的整体影响

根据图 5 可得, 当聚乙烯醇缩甲醛加入量在 10%~40% 范围内, 金果榄凝胶的评价会随着聚乙烯醇缩甲醛的加入量而越来越高。此时, 金果榄凝胶色泽呈现出金黄色, 性状较佳。之后, 随着聚乙烯醇缩甲醛添加量逐渐增加时, 粘度逐渐增大, 金果榄凝胶的评价得分降低。因此, 聚乙烯醇缩甲醛最佳添加量为 40%。

## 5. 讨论与结论

### 5.1. 讨论

性状: 本品为标黄色黏稠液体; 气清香, 味微苦。

鉴别: 取本品 10 mL, 加 1% 硫酸溶液 20 mL, 置 50℃~60℃ 水浴加热 1 h, 滤过, 滤液用氨试纸调节至 pH 值至 9~11, 用三氯甲烷振摇提取 3 次, 每次 15 mL, 合并三氯甲烷液, 蒸干, 残渣加乙醇 0.5 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取盐酸巴马汀对照品, 加乙醇制成每 1 mL 含 4 mg 的溶液, 作为对照品溶液[20]。照薄层色谱法试验, 吸取上述两种溶液各 5  $\mu$ L, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(10:6:6:2:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

检查: 含量测定。

色谱条件与系统适用性试验: 十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 0.025 mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇(50:50)为流动相; 检测波长为 340 nm。理论塔板数按盐酸巴马汀峰计算应不低于 1500。对照品溶液的制备: 精密称取盐酸巴马汀对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 30  $\mu$ g 的溶液, 即得。供试品溶液的制备: 取本品装量差异项下的内容物, 混匀, 取 2 g, 精密称定, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 密塞, 剧烈振摇, 超声处理 5 min, 离心取上清液, 即得。测定: 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5  $\mu$ L 注入液相色谱仪, 测定即得。本品每 1 g 含金果榄以盐酸巴马汀计, 不得少于 0.19 mg。

### 5.2. 结论

在前两次的正交试验中可以得知, 当温度固定在 25℃, 固液比固定在 1:4, 浸提时间固定在 48 h 的时候, 即为金果榄凝胶的最佳提取条件, 由此方法可制备出各方面都较优良的金果榄凝胶。在本次试验

的基础上,由最后一次正交试验可以得到最佳的金果榄凝胶配方:冰片固定在50%、聚乙烯醇缩甲醛固定在40%,此时所得到的金果榄凝胶质量最佳。本品为棕黄色粘稠液体;气清香,味微苦。

## 基金项目

1) 安徽省大学生创新创业项目资助(S202110879072); 2) 安徽省大学生创新创业项目资助(S202110879071); 3) 安徽省大学生创新创业项目资助(S202010879015); 4) 安徽省大学生创新创业项目(S202010879014)资助; 5) 安徽科技学院人才引进博士科研启动金项目(SKYJ2005)资助。

## 参考文献

- [1] 郭幼莹,林连波,符小文,等.海南青牛胆生物碱的研究[J].海南医学院学报,2004,10(5):293-297.
- [2] 杨玉霞,林碧秀,王红兰,等.金果榄主要农艺性状与产量的相关、回归及通径分析[J].种子,2020,39(10):106-108.
- [3] 王世平,吴艳俊,李玲,等.金果榄化学成分的研究[J].贵州医药,2011,35(1):17-18.
- [4] 姜孙旻,吴雪青,袁文博,等.枸橼酸西地那非凝胶剂基质考察及体外溶出度测定[J].药学研究,2021,29(6):421-425.
- [5] 刘星言,刘宏,范海珠,等.榄香烯透皮凝胶的制备及体外透皮性能[J].中国组织工程研究,2012,16(25):4659-4662.
- [6] 甘丽莉,熊娜,刘燕飞.水凝胶药物支架修复皮肤创面:临床应用可能性的挑战[J].中国组织工程研究,2021,25(22):3578-3583.
- [7] 李诚,郑国爽,蒯贤东,等.海藻酸盐支架修复关节软骨[J].中国组织工程研究,2023,27(7):1080-1088.
- [8] 李清华,樊皎,苏青,等.基于明胶的凝胶膏剂基质配方考察[J].中国医药工业杂志,2014,45(9):852-827.
- [9] 杨文字,江春艳,严冬,等.以青稞卢-葡聚糖为基质的白藜芦醇鼻用凝胶剂研究[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(12):6-10.
- [10] 喻澎争林,何文,郭成希.脂质体及脂质体凝胶对尼美舒利透皮吸收的比较研究[J].中国药师,2022,25(1):59-63.
- [11] 胡律江,郭慧玲,胡志方.复方辛夷凝胶剂的工艺及药效研究[J].江西中医学院学报,2008,20(1):87-88.
- [12] 涂自良,杨光义,陈吉炎,等.金果榄水提液与醇提液指标成分相关性考察[J].医药导报,2007,26(11):1359.
- [13] 丁志忠,卢新生,刘伯渠.正交试验法提取啤特果中多糖的方法探究[J].广州化工,2023,51(1):135-137.
- [14] 袁爽,姚艳,石慧,等.正交试验优化半仿生提取刺梨果渣中黄酮的研究[J].山东化工,2023,52(2):35-39.
- [15] 杨真真,蔡建峰,黄秋萍,等.正交试验优选芍甘滴丸提取工艺研究[J].临床合理用药,2023,16(14):161-170.
- [16] 何清华,钟佰明,范润勇,等.正交试验优选天钩平肝颗粒的成型工艺[J].云南医药,2023,44(4):65-68.
- [17] 陈黎,叶立红,朱海涛,等.正交设计法优选金果榄提取工艺[J].中国医院药学杂志,2008,28(23):2004-2006.
- [18] 吴燕,杨薇,李彬,等.迷迭香酸血浆蛋白结合及冰片对结合率的影响研究[J].中药药理与临床,2020,36(6):83-86.
- [19] 周则加,仁增加,拉太加,等.基于数据挖掘的含冰片藏药方剂用药规律及药性研究[J].高原科学研究,2020,4(4):53-61.
- [20] 陈黎,王启斌,黄良永,等.高效液相色谱法测定金果榄中盐酸药根碱与盐酸巴马汀含量[J].医药导报,2007(9):1086-1087.