

# 用正交试验优选猪胆汁酸生产工艺—降低猪胆汁酸灰分

潘红玲(浙江省台州市药品检验所,浙江 椒江 318000)

**摘要:**目的 优选猪胆汁酸生产工艺的最佳条件,降低猪胆汁酸灰分。方法 以猪胆汁酸灰分为指标,以不同的水量、不同的碱量及皂化时间作为三因素,采用  $L_9(3^4)$  正交试验对猪胆汁酸生产工艺进行筛选。结果 加水 4 倍,加片碱 8g,皂化 3h 为猪胆汁酸生产工艺的最佳条件。

**关键词:**猪胆汁酸;正交试验;灰分

猪胆汁酸具有刺激胆汁分泌,帮助脂肪消化及吸收的功效。猪胆汁酸的制备是用猪胆加片碱,皂化,用盐酸提取制得的,但提取物常灰分不合格。现以猪胆汁酸灰分为指标,以不同的水量、不同的碱量及皂化时间为三因素,采用 $L_9(3^4)$ 正交试验对猪胆汁酸生产工艺进行筛选。为生产工艺的改正提供了科学的实验依据。

## 1 仪器与药品

### 1.1 实验设备

Sartorius BP221S 型电子天平, YB-1A 真空恒温干燥箱。

1.2 干猪胆由浙江永宁制药厂提供,片碱即氢氧化钠(化学纯,黄岩实验厂),盐酸(化学纯,黄岩实验厂)

## 2 方法与结果

### 2.1 正交试验设计

以猪胆汁酸灰分为指标,以水用量、片碱用量及皂化时间为试验因素,每个因素备选三个水平。

表1 正交试验因素水平表

Tab 1 Orthogonal factors and levels

水平	因素		
	A 水用量(倍数)	B 片碱量(g)	C 皂化时间(h)
1	2	7.0	3
2	3	7.5	4
3	4	8.0	5

利用 $L_9(3^4)$ 正交表安排试验,每次水平试验均重复试验3次,试验基本方法为:取干猪胆100g,共27份,置于1000mL烧瓶中,按各因素水平的要求分别进行皂化、加盐数提取,提取物置于真空干燥箱80℃减压干燥,得干燥品,将干燥品研磨成细粉,置干燥箱中保存备用。

### 2.2 猪胆汁酸灰分的测定

分别称取猪胆汁酸干燥品约3g,按文献<sup>[1]</sup>方法测定。

### 2.3 实验结果分析

从表2得知,对猪胆汁酸灰分的影响:B因素极显著,A因素次之,即 $R_B > R_A > R_C$ 。

综上所述,降低猪胆汁酸灰分的最佳工艺为 $A_3B_3C_1$ ,即加4倍量水,8g片碱,皂化3h。

## 3 讨论

### 3.1 皂化时加碱量不足,猪胆汁酸转化成可溶性猪胆汁酸

表2 正交实验结果分析

Tab 2 Results of orthogonal test

实验号	A	B	C	灰分(%)
1	1	1	1	12.5
2	1	2	2	7.5
3	1	3	3	5.2
4	2	1	3	10.8
5	2	2	1	5.7
6	2	3	2	3.4
7	3	1	2	9.7
8	3	2	3	4.3
9	3	3	1	2.2
$I_j$	25.2	33	20.4	
$II_j$	19.9	17.5	20.3	
$III_j$	16.2	10.8	20.6	
$R_j$	9.0	22.2	0.3	

表3 试验结果分析

Tab 3 Assay of results

方差来源	平方和	自由度	均方	F	因素影响
A	13.64	2	3.69	11.90	
B	86.44	2	9.30	30.00	**
C	0.017	2	0.13	0.72	
误差	0.033	2	0.18		

$$F_{0.05}(2,2) = 19.00 \quad F_{0.01}(2,2) = 9.00$$

钠不完全,溶液中同时存在着猪胆汁酸钠和猪胆汁酸,而猪胆汁酸钠是一个表面活性物质,此时起着润湿作用,使未反应完全的不溶性猪胆汁酸以微粒混悬在溶液中,使溶液混浊,这样消除杂质困难,猪胆汁酸的杂质质量就提高。

3.2 皂化时加水量不足,皂化后加盐数提取时提取物包埋着大量无机物杂质,使杂质不易洗出,猪胆汁酸的杂质质量就提高。

## 参考文献

- [1] 中国药典(一部)[M]. 2000: 附录 IXK.
- [2] 吕圭源. 中药新产品开发学. 北京: 人民卫生出版社, 1997: 87.
- [3] 范大茵, 陈永华. 概率论与数理统计. 杭州: 浙江大学出版社, 2000: 284.