

干燥方式对乳块消片提取物中丹酚酸 B 含量的影响

郝素梅*, 史学红, 石立荣, 黄莹
(北京中医药大学药厂, 北京 101300)

【摘要】 目的: 考察干燥方式对乳块消片提取物中丹酚酸 B 含量的影响。方法: 高效液相色谱法, Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-乙腈-甲酸-水 (30:10:1:59); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长: 286 nm。结果: 丹酚酸 B 在 0.225 ~ 6.75 μg 范围内与其色谱峰面积呈良好线性关系, $r = 0.9998$ ($n = 6$), 平均回收率为 100.06%。结论: 喷雾干燥制备的乳块消片提取物丹酚酸 B 含量比较高。

【关键词】 减压干燥; 喷雾干燥; 丹酚酸 B

【中图分类号】 R283.6 **【文献标识码】** B **【文章编号】** 1005-9903(2009)04-0037-03

乳块消片由丹参、橘叶、地龙、王不留行、皂角刺、川楝子 6 味中药提取而成, 具有疏肝理气、活血化瘀、消散乳块的功效。丹参为方中君药, 其水溶性成分总丹酚酸类是有效成分之一, 具有抗凝、溶纤及抗脂质氧化酶作用, 该类成分包括: 原儿茶醛、丹参素、咖啡酸、紫草酸、丹酚酸 A、B、C、D、E、F、G 等^[1]。为了考察不同干燥方式对乳块消片提取物质量的影响, 我们以丹酚酸 B 为指标, 比较了减压干燥、喷雾干燥两种干燥方式制备的乳块消片提取物的含量差异。

1 仪器与材料

仪器 LC-20AT 高效液相色谱仪 (日本岛津公司), SPD-20 紫外检测器, ER-182A 电子天平 (日本 AND 公司), 真空减压干燥器, 喷雾干燥器。

试剂 95% 乙醇 (分析纯), 甲醇 (色谱纯), 乙腈 (色谱纯), 甲酸 (分析纯)。

对照品 丹酚酸 B (批号 111562-200706), 购自中国药品生物制品检定所。

药材: 丹参为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge. 的干燥根及根茎, 橘叶为芸香科植物橘 *Citrus reticulata* Blanco 的干燥叶, 皂角刺为豆科植物皂荚 *Gleditsia sinensis* Lam. 的干燥棘刺, 川楝子为楝科植物川楝 *Melia toosendan* Sieb. et Zucc. 的干燥成熟果实, 王不留行为石竹科植物麦蓝菜 *Vaccaria segetalis*

(Neck.) Garcke 的干燥成熟种子, 地龙为钜蚓科动物参环毛蚓 *Pheretima aspergillum* (E. Perrier) 的干燥体。样品由本单位齐彦敏副主任药师鉴定。

2 实验方法与结果

2.1 不同干燥方式的乳块消片提取物的制备 取丹参药材, 按处方量与橘叶、皂角刺、川楝子 3 味药混合, 加入饮用水煎煮两次, 每次 1 h。两煎液合并, 浓缩至相对密度为 1.25 ~ 1.30 (85 °C) 的清膏, 放冷, 备用; 地龙、王不留行用 70% 乙醇回流提取两次, 第一次 2 h, 第二次 1 h, 滤过, 合并滤液, 加入上述清膏中, 调含醇量达 70%, 搅拌均匀, 静置。过滤^[2], 回收乙醇至无醇味, 均分成 2 份, 分别采用减压干燥、喷雾干燥。减压干燥温度控制在 90 °C 以下, 真空度在 0.07 MPa 以上, 连续加热 7 ~ 9 h; 喷雾干燥进风 220 °C, 出风 90 ~ 100 °C, 压差 -5 ~ -25 Pa。得两种乳块消片干燥提取物。

2.2 丹酚酸 B 含量测定方法

2.2.1 色谱条件 Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-乙腈-甲酸-水 (30:10:1:59); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 柱温: 30 °C; 检测波长: 286 nm; 进样量: 10 μL。在上述色谱条件下, 丹酚酸 B 与其他成分分离良好, 且阴性样品溶液无干扰。见图 1。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取丹酚酸 B 对照品适量, 加 75% 甲醇制成每 1 mL 含 0.14 mg 的溶液, 摇匀, 即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 取干燥粉 0.06 g, 精密称定, 溶解于 75% 甲醇 10 mL, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

【收稿日期】 2008-07-10

【通讯作者】 * 郝素梅, Tel: (010) 89492730; E-mail: hsm319@163.com

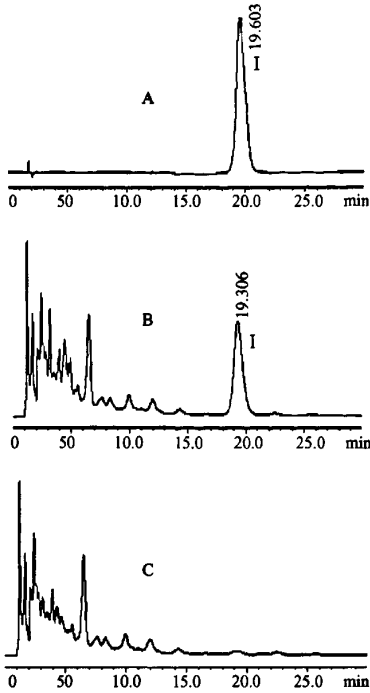


图 1 HPLC 色谱图

A 对照品 B 供试品 C 阴性样品 I 丹酚酸 B

2.2.4 阴性样品溶液的制备 称取全方比例缺丹参方适量,按乳块消工艺制成阴性液,照供试品溶液项下方法制备成样品溶液。

2.2.5 线性关系考察 精密称取丹酚酸 B 对照品适量,加 75% 甲醇制成每毫升含 0.45 mg 的溶液,分别精密吸取 0.5, 1, 2, 5, 10, 15 μL ,在上述色谱条件下进样,以峰面积和浓度进行回归处理,回归方程为 $Y = 1.01 \times 10^7 X + 4.99 \times 10^4$, $r = 0.9998$ ($n = 6$),结果表明丹酚酸 B 在 0.225 ~ 6.75 μg 范围内与其色谱峰面积呈良好线性关系。

2.2.6 精密密度试验 精密吸取同一供试品溶液连续进样 6 次,测定峰面积平均值为 1 568 023, $\text{RSD} = 0.10\%$,精密密度良好。

2.2.7 重复性试验 按样品测定项下方法对同一样品进行 6 次测定,得丹酚酸 B 平均含量为 26.017 1 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, $\text{RSD} = 0.81\%$,表明样品重现性良好。

2.2.8 稳定性 按照供试品溶液的制备方法制得样品溶液,分别于配制后 0, 2, 4, 6, 8, 16 h 测定,平均峰面积 1 567 945, $\text{RSD} = 0.58\%$,表明供试品溶液在 16 h 内稳定。

2.2.9 加样回收率试验 取乳块消提取物(丹酚酸 B 含量 26.017 1 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$),研成粉末,分别精密称取

0.04 g,共 6 份,样本中分别加入 0.45 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 丹酚酸 B 对照品溶液 1, 1, 3, 3, 5, 5 mL,依样品制备测定项下方法测定,计算平均回收率为 100.06%, $\text{RSD} = 0.60\%$ ($n = 6$),结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

编号	样品量 (mg)	加入量 (mg)	测定量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	1.095 3	0.45	1.548 7	0.453 4	100.76	100.06	0.60
2	1.113 4	0.45	1.560 1	0.446 7	99.27		
3	1.119 2	1.35	2.471 8	1.352 6	100.19		
4	1.080 7	1.35	2.433 8	1.353 1	100.23		
5	1.087 2	2.25	3.323 5	2.236 3	99.39		
6	1.105 5	2.25	3.367 2	2.261 7	100.52		

2.3 不同干燥方式的乳块消提取物中丹酚酸 B 含量结果 取减压干燥、喷雾干燥两种提取物各 3 批,分别依样品溶液项下方法制备,测定丹酚酸 B 含量,结果见表 2。从表中可以看出,喷雾干燥提取物的丹酚酸 B 含量较高。

表 2 不同干燥方式制备的乳块消提取物丹酚酸 B 含量 ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)

干燥方式	减压干燥提取物	喷雾干燥
08-01	26.017 1	38.792 2
08-02	28.356 2	40.035 2
08-03	28.893 7	39.584 9
平均	27.755 7	39.470 8

3 讨论

与减压干燥相比,喷雾干燥由于受热时间短、干燥效率高,制备的提取物色浅、水分低,且不需要粉碎等步骤,方便下一步制剂,适用于含芳香性成分、热敏性成分的干燥等优点,越来越受到关注。我们的实验数据表明,由于干燥原理和方式的不同,提取物质量反映在丹参水溶性成分上会产生一定变化。

由实验数据可以看出,减压干燥和喷雾干燥两种干燥方式对乳块消提取物中的丹酚酸 B 含量影响比较显著。究其原因,丹酚酸 B 是由丹参素和咖啡酸缩合(脂键)而成的,容易发生水解。丹酚酸 B 降解是脂的水解,干燥时受热时间越长,发生水解的可能性越大。喷雾干燥时,受热时间短,丹酚酸 B 受热水解而转化的少,故含量高;而减压干燥至少要受热 7 ~ 9 h,丹酚酸 B 受热水解而转化的较多,所以丹酚酸 B 含量较低。我们曾经对比两种干燥方式制备的乳块消提取物中的丹参素含量,减压干燥较喷雾干燥含量高,与预计相符。实验提示干燥方式对丹参水溶性成分的含量影响比较大,如以丹酚酸 B 为含

正交试验法筛选骨平巴布膏的基质处方

张超^{1*}, 吕华瑛²

(1. 山东中医药大学药学院, 山东 济南 250355; 2. 山东中医药高等专科学校, 山东 烟台 265200)

[摘要] 目的: 筛选骨平巴布膏的基质处方。方法: 采用正交试验法, 以黏着力、剥离性、涂展性、膏体均匀性、皮肤追随性和赋形性为指标, 各基质及其用量为因素和水平进行 $L_{16}(4^5)$ 试验, 得出最优配比组成。结果: 基质最佳配比为甘油: 明胶: 聚丙烯酸钠: 羧甲基纤维素钠: 水 = 5.0:0.4:1.4:0.3:4.0。结论: 确定的基质处方实用可行。

[关键词] 正交试验; 骨平巴布膏; 基质

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)04-0039-03

Optimization of the Matrix Formulation of Guping Cataplasmata by Orthogonal Design

ZHANG Chao^{1*}, LV Hua-ying²

(1. Shandong University of TCM, Jinan 250355, China; 2. Shandong College of TCM, Yantai 265200, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize the matrix formulation of Guping Cataplasmata. **Methods:** The optimal preparation was selected by $L_{16}(4^5)$ orthogonal design. The adhering potential, fissility, ability to spread out, homogeneity, ability pasting to skin and recontourity were used as indexes. **Results:** The optimal matrix formulation was glycerine: gelatin: sodium polyacrylate: sodium carboxymethylcellulose: water = 5.0:0.4:1.4:0.3:4.0. **Conclusion:** The optimal matrix formulation is practical.

[Key words] Orthogonal design; Guping Cataplasmata; Matrix

骨平药物是由葛根、延胡索、羌活、威灵仙、松节、血竭、姜黄等中药的提取物和药材原粉组成, 可用于治疗骨质增生引起的各种症状。拟将其制成以水溶性或亲水性高分子材料为基质的巴布膏剂, 发挥中医药内病外治的优势。同时高舒适性、高渗透性、高安全性的巴布膏剂还克服了传统黑膏药、橡皮

膏剂的诸多弊端。目前巴布膏剂存在黏弹性差, 内聚力不够, 反复揭扯性能差等不足, 而这些不足主要是受基质的影响, 本文采用正交设计法, 以黏着力、剥离性、涂展性、膏体均匀性、皮肤追随性和赋形性为指标, 综合多方面因素优选了骨平巴布膏的基质处方。

1 试验材料

日式 Algol 指针式推拉力计(艾固仪器股份有限公司), SH 恒定湿热试验箱(上海实验仪器总厂), 涂布器(自制)。明胶(青岛国力明胶厂), 聚丙烯酸钠

[收稿日期] 2008-10-21

[通讯作者] * 张超, Tel: 15005410401; E-mail: zhangchaotcm@126.com

测指标, 除原料控制外, 工艺参数要严格控制, 否则提取物含量波动较大。

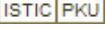
[参考文献]

[1] 黄泰康. 常用中药成分与药理手册[M]. 北京: 中国医药

科技出版社, 1997: 586.

[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005: 500-501.

干燥方式对乳块消片提取物中丹酚酸B含量的影响

作者: [郝素梅](#), [史学红](#), [石立荣](#), [黄莹](#)
作者单位: [北京中医药大学药厂](#), 北京, 101300
刊名: [中国实验方剂学杂志](#) 
英文刊名: [CHINESE JOURNAL OF EXPERIMENTAL TRADITIONAL MEDICAL FORMULAE](#)
年, 卷(期): 2009, 15(4)
被引用次数: 1次

参考文献(2条)

1. [国家药典委员会](#) [中华人民共和国药典一部](#) 2005
2. [黄泰康](#) [常用中药成分与药理手册](#) 1997

本文读者也读过(10条)

1. [魏玉平](#), [刘俊](#), [颜小林](#), [姚欣](#), [郑成贵](#), [陈前进](#), [田立武](#) [都梁丸提取工艺研究](#)[期刊论文]-[中草药](#)2000, 31(5)
2. [何丹](#), [杨林](#), [He Dan](#), [Yang Lin](#) [隐丹参酮固体分散体制备工艺研究](#)[期刊论文]-[中国药业](#)2009, 18(14)
3. [卢召战](#), [朱靖博](#), [刘天赐](#), [LU Zhao-zhan](#), [ZHU Jing-bo](#), [LIU Tian-ci](#) [pH及添加剂对丹酚酸B水溶液稳定性的影响](#)[期刊论文]-[大连工业大学学报](#)2008, 27(3)
4. [张长水](#), [张谷运](#), [李红](#) [清肝利黄口服液制备与临床观察](#)[期刊论文]-[中国医院药学杂志](#)2005, 25(3)
5. [张长水](#), [胡冰](#) [五柴颗粒剂的制备与临床观察](#)[期刊论文]-[中国医院药学杂志](#)2003, 23(7)
6. [袁媛](#), [韦晓晖](#), [杨俊毅](#), [张利](#), [蒋学华](#) [丹七制剂提取工艺的优化实验研究](#)[期刊论文]-[华西药学杂志](#)2002, 17(1)
7. [吴昌富](#), [王宗喜](#) [提高综合提取工艺中乙醇回收率的方法](#)[期刊论文]-[湖北省卫生职工医学院学报](#)2003, 16(1)
8. [许永](#), [赵成](#), [XU Yong](#), [ZHAO Cheng](#) [不同提取方法对丹参中丹酚酸B含量测定的影响](#)[期刊论文]-[安徽医药](#) 2009, 13(10)
9. [陶树青](#), [鄢必新](#) [HPLC法测定丹参冻干粉针中丹酚酸B的含量](#)[期刊论文]-[中医药信息](#)2009, 26(3)
10. [于翀](#), [王莹](#), [鱼红闪](#), [金凤燮](#), [YU Chong](#), [WANG Ying](#), [YU Hong-shan](#), [JIN Feng-xie](#) [丹酚酸B酶解产物的分离](#)[期刊论文]-[大连工业大学学报](#)2009, 28(3)

引证文献(1条)

1. [崔雪娜](#), [王四旺](#), [赫少清](#), [袁娟丽](#) [不同干燥方式对紫参片质量的影响](#)[期刊论文]-[西北药学杂志](#) 2011(2)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgsyfjxzz200904016.aspx