

饱和水溶液法制备檀香挥发油 β -环糊精包合物

★ 张学明 (天津市蓟县中医医院药剂科 蓟县 301900)

摘要:采用 3 因素 3 水平的正交实验法,研究了 β -环糊精对檀香挥发油的包合作用。考察挥发油利用率、包合物收率以及包合物含油率 3 个指标,优选出包合工艺条件为:檀香挥发油: β -环糊精为 1:5(mL/g),包合温度为 60 ℃,包合加醇 15%,包合时间 1 小时。

关键词:檀香挥发油; β -环糊精包合物;饱和水溶液法

中图分类号:TQ 460.7⁺2 **文献标识码:**A

檀香是一种名贵中药材,具有行气温中,开胃止痛作用。目前市场上含有檀香的剂型有胶囊剂、丸剂、硬膏剂、散剂等,主要是丸剂。挥发油是其有效成分之一^[1],在制剂过程中,采用 β -环糊精对其进行包合,形成稳定包合物。本试验旨在通过对不同的实验室条件下挥发油的包合情况以及包合物的稳定性做考察,探讨包合技术改变檀香挥发油剂型的可行性,从而更好地发挥其药效。

1 材料与仪器

材料:檀香挥发油(自提取); β -环糊精(粉末型,陕西佳县生物化学工业公司,纯度 90%);硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂);乙醇(药用)。

仪器:85-2 型恒温磁力搅拌器(上海司乐仪器厂);挥发油提取器(天津玻璃仪器厂)。

2 实验方法

2.1 正交实验设计 以挥发油利用率、包合物收率以及包合物含油率为考察指标,用 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验,因素水平见表 1。

表 1 因素水平表

因素水平	包合温度/℃	加乙醇量(%)	挥发油: β -环糊精/mL·g ⁻¹
1	40	5	1:3
2	50	10	1:5
3	60	15	1:7

2.2 饱和水溶液法制备包合物 称取一定量 β -环糊精加入到一定温度的水中制成饱和溶液,置具塞三角烧瓶中,根据饱和溶液的体积决定加乙醇量,另将定量挥发油溶于乙醇中,在一定搅拌速度下缓慢加入具塞三角烧瓶中,包合 1 小时后停止加热,搅拌下冷却至室温,冷藏过夜,过滤,以少量 15% 乙醇洗涤包合物,40 ℃ 真空干燥,得干燥粉末。

2.3 包合物中挥发油的测定 将干燥物精密称重,置于有放沸石的圆底烧瓶中,加水适量与玻璃珠数粒,振摇混合后,连接挥发油测定器与回流冷凝管。自冷凝管上端加水使充满挥发油测定器的刻度部分,并溢流入烧瓶时为止。将烧瓶置电热套中缓缓加热至沸并保持微沸约 5 小时,至测定器中油量不再增加,停止加热,放置 1 小时,读数。

包合物油利用率 = 包合物中挥发油量(mL)/所投入油

量(mL) × 100 %

包合物产率 = 包合物重(g)/(β -环糊精 + 油)重(g) × 100 %

包合物含油率 = 包合物挥发油量(g)/包合物重(g) × 100 %

3 结果

3.1 正交实验结果 见表 2。

表 2 正交实验结果

列号	A	B	C	挥发油利用率(%)	收率(%)	含油率(%)
1	1	1	1	53.1	78.5	17.0
2	1	2	2	76.9	79.7	16.1
3	1	3	3	73.1	78.1	11.2
4	2	1	2	59.7	49.5	20.0
5	2	2	3	71.4	55.6	16.0
6	2	3	1	64.8	87.5	17.5
7	3	1	3	74.5	80.5	11.7
8	3	2	1	70.2	87.0	20.0
9	3	3	2	84.1	91.8	15.2
挥发油利 用率(%)	K1	67.7	62.4	62.7		
	K2	65.3	72.8	73.6		
	K3	76.3	74.0	73.0		
包合物收 率(%)	R	11.0	11.6	10.9		
	K1	78.8	69.5	84.3		
	K2	64.2	74.1	73.7		
包合物含 油率(%)	K3	86.4	85.8	71.4		
	R	22.2	16.3	12.9		
	K1	14.8	16.2	18.2		
包合物含 油率(%)	K2	17.8	17.4	17.1		
	K3	15.6	14.6	13.0		
	R	3.0	2.8	5.2		

3.2 包合工艺的优选^[2] 由表 2 可知,单纯从挥发油利用率考虑,优选方案 $A_3B_3C_2$,单纯从收率考虑,优选方案 $A_3B_3C_1$, C_1 水平油利用率偏低,为了尽可能利用挥发油,综合考虑后选 $A_3B_3C_2$ 方案,即 60 ℃ 情况下,加乙醇 15%,挥发油: β -环糊精为 1:5,为本试验 9 号方案。

3.3 挥发油与 β -环糊精包合物质量检查 檀香挥发油的鉴别:吸取两种溶液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60~90 ℃)-醋酸乙酯(85:15)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以对二甲氨基苯甲醛溶液,在 80~90 ℃ 烘 5 分钟。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同

HPLC 测定侧柏叶颗粒中槲皮苷含量

★ 郑冰珊 陈晓城 林崇良 (温州医学院附属第一医院 温州 325000)

关键词:高效液相色谱法;侧柏叶颗粒饮片;槲皮苷

中图分类号:TQ 460.7 文献标识码:B

侧柏叶颗粒饮片为柏科植物侧柏 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 的干燥枝梢及叶经加工炮制后经提取浓缩而成的配方颗粒。具有凉血止血、生发乌发等功效。临床用于吐血衄血、咯血、便血、崩漏下血、血热脱发、须发早白等症状。本方法采用高效液相色谱法对侧柏叶颗粒饮片中槲皮苷的含量进行测定,有利于质量控制,确保用药的安全有效。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱系统,515 泵,2487 紫外检测仪,717 自动进样系统,柱温箱。

槲皮苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 111538-200302)。侧柏叶颗粒饮片(三九医药股份有限公司,批号 031008,040508,040624)。实验中所用的试剂与试药均为分析纯,水为重蒸馏水,甲醇为色谱纯。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: C_{18} (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 0.01 mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇-冰醋酸 (60:40:1.5); 检测波长: 254 nm; 流速: 10 mL/min; 柱温: 室温; 进样量: 5 μ L。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取槲皮苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 50 μ g 的溶液,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取装量差异下的本品颗粒,研细,取约 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加甲醇 20 mL,称定重量,超声处理 30 分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.3 线性关系性范围

分别精密量取对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10 μ L, 按

上述色谱条件测定,分别重复进样,测定峰面积。以对照品的浓度为横坐标,以色谱峰的面积纵坐标,绘制标准曲线,线性回归方程为 $Y = 1.542 \times 10^6 X + 721\ 54$ ($r = 0.999\ 6$)。结果表明槲皮苷在 0.25 ~ 1.15 μ g 范围内有良好的线性关系。

2.4 精密度试验

精密吸取同一批号的供试品溶液,重复进样 5 次,测定槲皮苷的峰面积, RSD 为 1.37% ($n = 5$)。

2.5 重现性试验

取同一批次样品 5 份,分别按供试品溶液制备法制备,测定其槲皮苷的含量, $RSD = 2.63\%$ ($n = 5$)。

2.6 稳定性试验

取同一份供试品溶液分别在 2, 4, 6, 8, 24 小时进样,测定槲皮苷峰面积,计算槲皮苷含量, $RSD = 1.87\%$ ($n = 5$)。

2.7 加样回收率试验

取同一批已知含量的样品 5 份,分别精密加入槲皮苷对照品,按供试品溶液制备法提取,测定,计算回收率,结果平均加样回收率为 98.49%, $RSD = 2.96\%$ ($n = 5$)。

2.8 样品测定

分别精密吸取对照液与供试品溶液 10 μ L, 用 0.45 微孔滤膜滤过,注入色谱仪,按上述色谱条件,以峰面积按外标法测定含量,结果见表 1。

表 1 样品中槲皮苷含量测定结果 ($n = 3$)

批号	槲皮苷的含量/mg $\cdot$ 袋 ⁻¹	RSD (%)
031008	30	2.12
040508	40	2.51
040624	35	2.78

(收稿日期:2006-06-28)

的紫蓝色斑点。表明形成稳定包合物,且未影响化学性质。

参考文献

[1] 陈祥, 严丽霞. β -环糊精及其衍生物在药剂中的应用[J]. 天津药学, 1999, 11(4): 10

[2] 朱爱兰. 泽兰挥发油 β -环糊精包合工艺研究[J]. 南京中医药大学学报(自然科学版), 2000, 16(6): 351 ~ 352

[3] 王岩, 周莉玲. 脑康灵胶囊中挥发油 β -环糊精包合物的质量研究[J]. 广州中医药大学学报, 2002, 19(4): 311

(收稿日期:2006-09-26)