

疏毛吴茱萸醇提物不同干燥方法的质量变化

张丽艳, 杨卫平*, 王晖, 杨玉琴, 李健, 张丽丽, 陈新华
(贵阳中医学院, 贵阳 550002)

[摘要] 目的: 考察不同干燥方法对疏毛吴茱萸提取物质量的影响。方法: 考察减压、微波、冷冻 3 种干燥方法对吴茱萸提取物 HPLC 及 TLC 特征图谱的影响。结果: 不同干燥方法提取物峰的种类及个数相同, 吴茱萸总碱的含量略有差异。结论: 不同干燥提取物各化学成分含量和特征图谱相当, 实际应用中应选择节能减排, 低成本的干燥方法。

[关键词] 不同干燥方法; 疏毛吴茱萸; 高效液相色谱法; 薄层色谱法; 吴茱萸总碱

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)16-0006-03

Quality Variety of *Evodia rutaecarpa* (Juss.) Benth. var. *bodinieri* (Dode) Huang Ethanol Extracts with Different Drying Methods

ZHANG Li-yan, YANG Wei-ping*, WANG Hui, YANG Yu-qin, LI Jian, ZHANG Li-li, CHEN Xin-hua
(Guiyang College of Traditional Chinese Medicine, Guiyang 550002, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate the effect on extracts quality of *Evodia rutaecarpa* (Juss.) Benth. var. *bodinieri* (Dode) Huang with different drying methods. **Method:** Study on compared HPLC and TLC of *Evodia* alkaloids with different drying methods. **Result:** The peaks' type and number of different drying methods extracts was same, slight differences in the content of *Evodia* alkaloids. **Conclusion:** The chemical composition and character prints of dried extracts in different ways were equal. Energy-conserved, low-cost methods should be selected as practical application.

[Key words] different drying methods; *Evodia rutaecarpa* (Juss.) Benth. var. *bodinieri* (Dode) Huang; HPLC; TLC; *evodia* alkaloids

疏毛吴茱萸是传统中药吴茱萸的基源生药之一, 常用作疏肝止痛中药, 其主要有效成分是以吴茱萸碱和吴茱萸次碱为主的总生物碱, 吴茱萸总碱的含量与它的疗效有正相关关系^[1], 而其特征图谱有整体和模糊的特性, 能对提取物的质量做出较全面

的评价。根据文献检索, 未见不同干燥方式对吴茱萸提取物质量影响的研究, 故本文分别采用 3 种不同的干燥方法, 对制备的吴茱萸醇提物进行吴茱萸总碱及特征图谱比较研究。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 型高效液相色谱仪, DZF-6020 型真空干燥箱(上海博讯实业有限公司), Lyolab 3000 型台式冷冻机(丹麦 Heto Holten 公司), WBZ-2 型微波干燥箱(贵阳新奇微波工业有限公司)。

吴茱萸碱(批号 11802-200504)、吴茱萸次碱(批号 110801-200505), 含量测定用, 中国药品生物制品检定所提供。疏毛吴茱萸采自贵州余庆, 经贵阳中医学院生药实验室王世清教授鉴定为芸香科植物疏毛吴茱萸 *Evodia rutaecarpa* (Juss.) Benth. var. *bodinieri* (Dode) Huang 的干燥近成熟果实。

[收稿日期] 20101129(002)

[基金项目] 国家“973”重点基础研究发展计划课题(2007CB512606); 贵州省科技计划项目[黔基合计字(2002)3063]; 贵阳市科技计划项目[筑科大合同字(2009)12]

[第一作者] 张丽艳, 教授, 研究生导师, 从事中药质量控制与新药开发研究, Tel: 0851-5615344, E-mail: zly1964@163.com

[通讯作者] * 杨卫平, 教授, 硕士研究生导师, 从事中药学研究, Tel: 13985000775, E-mail: 815873317@qq.com

2 方法与结果

2.1 不同干燥方法提取物的制备 称取疏毛吴茱萸 20 g,用 6 倍量 60% 的乙醇回流提取 3 次,每次 2 h,煎液均趁热过滤,合并各次滤液,置于蒸发皿中,水浴蒸至稠膏。

2.1.1 减压 将上述稠膏于减压干燥箱内于 0.05 MPa,60 ℃ 下干燥 24 h,取出称重,研碎即得。

2.1.2 微波 将上述稠膏于微波干燥箱干燥,微波功率 500 W,真空度 0.09 MPa 干燥 15 min,取出称重,研碎即得。

2.1.3 冷冻 将上述稠膏于冷冻干燥箱,降温到 -50 ℃ 后抽真空干燥 2 h,取出称重,研碎即得。

2.2 不同干燥方法浸膏粉中吴茱萸碱和吴茱萸次碱含量测定

2.2.1 色谱条件 Agilent Zorbax Eclipse XDB C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm,5 μm),流动相乙腈-水(51:49),检测波长 225 nm,柱温 25 ℃,流速 1.0 mL·min⁻¹。其余条件均与文献[3]一致。

2.2.2 测定结果 取疏毛吴茱萸药材 20 g,经醇提得稠膏,分别采用减压、冷冻与微波干燥,测得其总碱质量与提取物收得率、含水量,结果见表 1。

表 1 不同干燥方式对吴茱萸提取物总碱含量、收得率和含水量的影响

干燥方式	总碱含量/mg	收得率/%	含水量/%
减压	156.63	35.75	1.3
冷冻	161.04	40.74	1.9
微波	163.11	40.23	1.5

由此可见不同干燥方法对 2 种提取物总碱含量、收得率、水分含量影响很小。

2.3 不同干燥方法浸膏粉之间 HPLC 特征图谱的对比

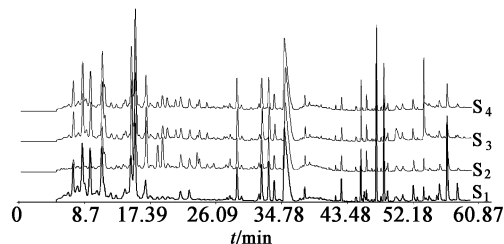
2.3.1 评价软件 中药色谱指纹图谱相似度评价系统软件(国家药典委员会,2004 年 A 版)。

2.3.2 色谱条件 Agilent Zorbax Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm,5 μm);流动相乙腈(A)-0.02% 磷酸梯度洗脱(B),梯度洗脱条件为 T:0 min ~ 33 min ~ 38 min ~ 58 min,流动相 A 比例:5% ~ 23% ~ 42% ~ 100%;检测波长 250 nm,柱温 25 ℃,流速 1.0 mL·min⁻¹,进样量为 10 μL。

2.3.3 供试品溶液的制备 称取药材 0.2 g,各不同干燥方法浸膏粉适量(约相当于原药材 0.2 g)分别置于 50 mL 锥形瓶中,精密加入 50% 甲醇 25 mL,称定质量,超声提取 20 min,放冷,以 50% 甲醇补足

减失质量,滤过,滤液过 0.45 μm 微孔滤膜,即得。

2.3.4 结果 药材及各不同干燥方式提取物特征谱见图 1。



S₁. 药材;S₂. 减压干燥;S₃. 冷冻干燥;S₄. 微波干燥
图 1 疏毛吴茱萸药材和提取物不同干燥方法所得浸膏 HPLC 特征图谱对比

由图 1 可以看出,3 种不同干燥方法对疏毛吴茱萸醇提取物 HPLC 特征图谱峰数、峰面积、峰高均影响不大。通过指纹图谱相似度计算软件分别求得不同提取方式的 3 种不同干燥方法的疏毛吴茱萸提取物 HPLC 特征图谱相互之间的的相似度系数(中位数法,自动匹配)均在 0.95 以上,表明相互之间的差异不大。

2.4 不同干燥方法浸膏粉之间 TLC 特征图谱对比

2.4.1 对照品溶液的制备 分别精密称取干燥至恒重的吴茱萸碱和吴茱萸次碱对照品适量,用乙醇制成质量浓度分别为 0.026,0.012 g·L⁻¹ 的对照品溶液。

2.4.2 药材供试品溶液的制备 取干燥至恒重的样品粉末(过 60 目筛)约 0.4 g,精密称定,置 10 mL 量瓶中,加入乙醇约 9 mL,静置 30 min,超声处理 30 min,放冷,加乙醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.4.3 浸膏供试品溶液的制备 取干燥至恒重的浸膏粉末适量(约相当于原药材 0.4 g),精密称定,置 10 mL 量瓶中,加入乙醇约 9 mL,静置 30 min,超声处理 30 min,放冷,加乙醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.4.4 结果 分别取上述供试品溶液、对照品溶液各 1 μL,用半自动点样仪点于距硅胶 G 预制板底边 10 mm 处。以环己烷-乙酸乙酯-甲醇-三乙胺(19:5:1:1)为展开剂于双槽展开箱的一侧加入上述展开溶剂预平衡 15 min,上行展开;展距 8 cm;温度 10 ~ 35 ℃,控制相对湿度至 32% ~ 72%。挥尽薄层板上的残留溶剂后置紫外光灯(366 nm)下检视荧光薄层色谱。结果如图 2。

由图 2 可知 2 种提取物经 3 种干燥方法浸膏的 TLC 图基本相同。由直观分析可见,相对于药材,3

茶碱 β -环糊精聚合物微球的制备与缓释性能

杨黎燕^{1*}, 杨威², 尤静¹, 张静姝¹

(1. 西安医学院药学院, 西安 710021; 2. 陕西科技大学化学与化工学院,
教育部轻工助剂化学与技术重点实验室, 西安 710021)

[摘要] 目的:以 β -环糊精为原料,采用共沉淀法制备茶碱 β -环糊精聚合物(CDP)微球。方法:通过 $L_9(3^4)$ 正交试验设计对制备工艺进行了优化,并采用体外动态释药法评价其释药特征。分别用激光粒度分布仪、红外光谱仪、综合热分析仪、X 射线衍射仪对茶碱 β -CDP 载药微球进行表征。结果:最佳工艺条件是 β -CDP 微球 1 g、茶碱 0.02 g、蒸馏水 30 mL、反应时间 3 h、温度 60 $^{\circ}\text{C}$ 。合成的载药微球形态良好,平均粒径为 162.35 μm ,载药量为 1.79%,包封率为 89.50%。茶碱 β -CDP 微球体外释药规律符合一级释放方程和 Korsmeyer-Peppas 模型方程。结论:茶碱载药微球具有一定缓释效果,其制备方法合理可行。

[关键词] β -环糊精聚合物微球;茶碱;回归分析法;体外释药

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)16-0008-05

Preparation and Sustained Release of Theophylline β -Cyclodextrin Polymer Microspheres Inclusion Compound

YANG Li-yan^{1*}, YANG Wei², YOU Jing¹, ZHANG Jing-shu¹

(1. Department of Pharmacy, Xi'an Medical College, Xi'an 710021, China; 2. Key Laboratory of Auxiliary Chemistry & Technology for Chemical Industry, Ministry of Education, Institute of Chemistry and Chemical Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an 710021, China)

[Abstract] **Objective:** Theophylline β -cyclodextrin polymer(β -CDP) microspheres inclusion compound was

[收稿日期] 20101117(006)

[基金项目] 陕西省教育厅科研计划项目(11JK0694);西安医学院校级科研基金项目(10FC021)

[通讯作者] * 杨黎燕, 硕士, 从事医用高分子材料方面的研究, Tel:029-86177477, E-mail: yangliyan923@163.com



1. 吴茱萸碱;2. 吴茱萸次碱;3. 疏毛吴茱萸药材;
4. 减压干燥;5. 冷冻干燥;6. 微波干燥

图 2 疏毛吴茱萸标准品、药材和提取物不同干燥方法所得浸膏的 TLC 特征图谱对比

种不同干燥方法水提物 TLC 图各成分含量有所减少,这与 HPLC 特征图谱的结果一致。

3 讨论

采用 3 种干燥方法所得浸膏中吴茱萸总碱的含量基本相同,进一步对 3 种干燥方法的浸膏之间 HPLC 特征图谱对比研究发现,3 种不同干燥的浸膏其特征图谱的峰数和峰面积无显著差异,由中药指纹图谱相似度计算软件计算得到 3 种干燥方法的浸膏相似度系数均在 0.95 以上,可认为干燥方式不同,基本不影响吴茱萸醇提物的质量。

[参考文献]

- [1] 中国药典,一部[S].2005:118.
- [2] 于静华,刘春禹,吕小丹,等.吴茱萸药理研究进展[J].吉林中医药,2005,25(2):53.
- [3] 罗君,张丽艳,杨玉琴,等.贵州余庆栽培吴茱萸的质量对比研究[J].时珍国医国药,2008,19(12):3001.

[责任编辑 全燕]