

## 玉米须多糖胶囊的制备

延英<sup>1</sup>, 李耿<sup>2</sup>, 王秀丽<sup>3\*</sup>

- (1. 胜利油田中心医院, 山东 东营 257034;  
2. 中日友好医院全国中西医结合心血管病中心, 北京 100029;  
3. 北京中医药大学中药学院, 北京 100102)

[摘要] 目的: 研制玉米须多糖胶囊。方法: 采用单因素试验筛选玉米须多糖胶囊的制备所适宜的润湿剂浓度、用量, 干燥温度、时间, 并确定颗粒的临界相对湿度, 建立含量测定方法。结果: 所制备胶囊的制备工艺简单、质量稳定。结论: 建立的玉米须胶囊的制备方法, 可以减少服用剂量、促进玉米须资源的利用。

[关键词] 玉米须多糖; 胶囊制备

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2010)17-0025-03

## Preparation of Corn Stigma Polysaccharide Capsule

YAN Ying<sup>1</sup>, LI Geng<sup>2</sup>, WANG Xiu-li<sup>3\*</sup>

- (1. The Centre Hospital of Shengli Oilfield, Dongying 257034, China;  
2. China-Japan Friendship Hospital, The Centre of Cardiovascular Disease Integration of Chinese and Western Medicine China, Beijing 100029, China;  
3. College of Pharmacy, Beijing University of Traditional Chinese Medicine, Beijing 100102, China)

**[Abstract] Objective:** To study the preparation of polysaccharide capsule from corn stigma. **Method:** Single factor test was used for screening the optimum condition for preparation of corn stigma polysaccharide capsule, including the concentration and consumption of wetting agent, drying temperature and time, to establish a determination method. **Result:** The preparation technology established was simple and stable. **Conclusion:** The method established can promote the utilization of com stigma resource.

**[Key words]** polysaccharide from com stigma; capsule preparation

我国的玉米产量居世界第 2 位, 作为玉米副产物的玉米须, 年产量大致 750 万吨以上, 来源丰富、价格低廉, 且易于采收。但大多数玉米须作为废弃物而未得到充分利用, 资源浪费。玉米须最早药用记载见于《滇南本草》, 《本草纲目》中记载其具利尿消肿、平肝利胆之功。玉米须在我国民间应用广泛, 应用形式多为水煎液, 而玉米须中多糖含量较高, 水煎液的主要成分就是多糖。现代药理研究<sup>[1-6]</sup>也证实玉米须多糖具有调节免疫、保肝利胆、降低血糖、

清热利尿、抑制肿瘤、降低体重等功效, 但临床应用较少。杜娟等<sup>[3]</sup>通过对玉米须多糖的急性毒性研究证实, 玉米须多糖毒性低, 测不出 LD<sub>50</sub>, 按 45 g·kg<sup>-1</sup>给小鼠灌胃后均未出现死亡、竖毛、躁动、竖尾、兴奋跳跃、蜷缩、多动、对刺激反应迟缓或过敏、强直、震颤及共济失调等症状。鉴于此, 本文研究玉米须多糖胶囊的制备, 以减少服用剂量、促进玉米须资源的开发利用。

### 1 材料

玉米须采自辽宁省沈阳市郊区, 经北京中医药大学刘永刚研究员鉴定为禾本科玉蜀黍 *Zeamays* L. 的花柱及柱头的成熟干燥品。AG-285 分析天平(瑞士); MODUL YOD-230 冷冻干燥机; Cary100 紫外分

[收稿日期] 20100715(007)

[通讯作者] \* 王秀丽, 讲师, 博士, E-mail: lnwangxiuli@163.com

光光度计(瓦里安)。

## 2 方法

**2.1 玉米须多糖的提取工艺优化** 玉米须干粉于沸水中煎煮 1 h, 滤过; 滤渣再次煎煮, 合并 2 次滤液, 浓缩至 1:1; 加入 3 倍体积的 95% 乙醇静置 30 min, 3 000 r·min<sup>-1</sup> 离心 10 min, 所得沉淀物用 95% 乙醇、无水乙醇依次洗涤, 所得沉淀物冷冻干燥备用。

**2.2 玉米须多糖的含量测定方法** 以苯酚-浓硫酸法测定多糖含量<sup>[7]</sup>。多糖成分在硫酸作用下, 先水解成单糖, 单糖迅速脱水生成糠醛衍生物, 然后和苯酚缩合成有色化合物, 该化合物在 490 nm 波长处有特征吸收, 并且其吸收波长处的吸收值与多糖浓度成线性关系。

**2.2.1 标准曲线的制备及方法学考察** 精密称取在 105℃ 干燥至恒重的葡萄糖对照品进行标准曲线的绘制, 显色过程在 10 mL 试管中进行, 按照反应多糖-苯酚-浓硫酸为(1:1:2.6), 依次加入多糖、苯酚溶液和浓硫酸, 混合均匀, 于 40℃ 水浴放置 30 min 后, 在 490 nm 波长处测定吸收度。结果葡萄糖在 10.923 ~32.769 mg·L<sup>-1</sup> 与吸光度线性关系良好, 得回归方程  $C=47.896 A+0.197 2$ ,  $R^2=0.998$ 。此方法的重复性试验 RSD 0.71%, 重复性良好; 平均加样回收率 98.65%, RSD 0.85%。

**2.2.2 样品含量测定** 分别精密称取 10 mg 玉米须多糖样品 3 份, 置于 25 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀备用。操作同标准曲线项下要求, 结果玉米须多糖含量分别为 17.31%, 17.58%, 17.49%。

## 2.3 玉米须多糖胶囊的制备

### 2.3.1 制粒工艺条件的优选

**2.3.1.1 试验方法** 取玉米须多糖适量, 过 40 目筛, 喷入乙醇并搅拌混合均匀, 过 20 目筛制粒。鼓风干燥箱中干燥, 再过 20 目筛整粒。评价指标为制粒情况、干燥后颗粒情况(硬度、黏连状态、休止角)。

**2.3.1.2 制粒用乙醇浓度的优选** 按上述试验方法, 取玉米须多糖适量, 称定, 共 4 份。以与原料 1:1 (g/mL) 的比例加入乙醇为润湿剂, 乙醇体积分数分别为 80%, 85%, 90%, 95%, 按上述试验方法试验, 结果用 90% 乙醇为润湿剂时, 制得的颗粒外形均匀, 流动性较好。见表 1。

表 1 制粒用乙醇体积分数的考察

乙醇体积分数/%	制粒情况	休止角/°	干燥后颗粒状态
80	软材黏度过大	/	/
85	软材过筛时有长条状	43	颗粒有黏连
90	湿颗粒均匀	38	颗粒少黏连, 硬度适中
95	湿颗粒均匀	40	易碎

**2.3.1.3 制粒用乙醇用量的优选** 按上述试验方法, 取玉米须多糖适量, 称定, 共 4 份。分别以原料与 90% 乙醇的不同比例 1:0.8, 1:1, 1:1.2, 1:1.4 做为润湿剂制粒, 结果乙醇用量为与原料 1:1 时, 制得的颗粒外形均匀, 流动性较好。见表 2。

表 2 乙醇用量的考察

乙醇用量	制粒情况	休止角/度	干燥后颗粒状态
1:0.8	软材松散	/	/
1:1	湿颗粒均匀	38	颗粒适中, 少黏连
1:1.2	过筛时有长条状	43	颗粒有黏连
1:1.4	软材太湿	/	/

**2.3.1.4 验证试验** 按上述试验方法, 取玉米须多糖适量, 称定, 共 3 份。均加入与原料 1:1 的 90% 乙醇为润湿剂制粒, 结果颗粒适中, 少黏连, 休止角分别为 37.7°, 38.6°, 38.3°。

**2.3.1.5 颗粒的干燥温度选择** 按上述试验方法, 取玉米须多糖适量, 称定, 共 3 份。取 1 倍量 90% 乙醇制得的颗粒, 分别置 40, 60, 80℃ 干燥箱干燥, 以干燥时间、颗粒情况、水分含量为指标确定干燥温度, 结果以 60℃ 干燥温度较好, 虽颗粒略有黏连, 但易整粒后装胶囊, 水分含量符合 2010 年版《中国药典》一部附录 II 中胶囊剂项下的规定。见表 3。

表 3 颗粒干燥温度的选择

干燥温度/°C	干燥时间/h	颗粒情况	含水量/%
40	3	颗粒无黏连	8.88
60	0.75	颗粒略有黏连	6.57
80	0.5	颗粒有结块	4.82

**2.3.1.6 颗粒的流动性考察** 采用固定漏斗法, 将 2 只漏斗串联并固定于水平放置的直径为 6.6 cm 的圆盘上中央部位, 小心地将颗粒沿漏斗壁注入最上的漏斗中, 以颗粒自动流出圆盘边缘, 并形成较稳定的锥形状颗粒堆为止。按公式  $\text{tg} \alpha = H/R$  ( $H$  颗粒高度,  $R$  圆盘半径) 计算得休止角, 重复 3 次, 结果颗粒的流动性良好, 见表 4。

表 4 颗粒的休止角

No	1	2	3	4	5
/°	38.4	38.5	38.1	38.3	39.2

**2.3.1.7 成型颗粒临界相对湿度的测定** 配制系列相对湿度的溶液, 分别置于干燥器中, 于 25 恒温箱平衡 24 h; 将按前法制备好的颗粒干燥至恒重后, 在已恒重的称量瓶底部轻轻平铺, 厚约 2 mm 的颗粒, 准确称量, 打开瓶盖放入上述干燥器中, 于 25 恒温培养箱中保持 7 d 后精密称量, 计算吸湿率, 以相对湿度数据(RH%)为横坐标, 吸湿率数据为纵坐标作图, 结果如图 1。作曲线两端的切线, 两切线交点对应的横坐标即为临界相对湿度。此颗粒的临界相对湿度约为 74%。

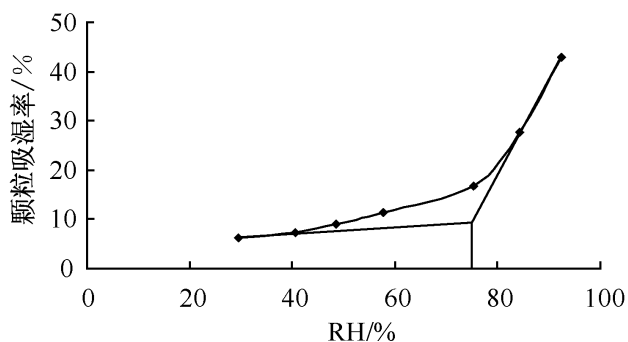


图 1 颗粒临界相对吸湿曲线

**2.3.2 玉米须多糖胶囊的制备** 取玉米须多糖适量, 过 40 目筛, 然后按照 1:1 的比例喷入 90% 乙醇并搅拌混合均匀, 过 20 目筛制粒。鼓风干燥箱中 60 干燥 45 min, 再过 20 目筛整粒, 于相对湿度低于 74% 的环境中装填于 3 号空胶囊中, 每粒平均装量为 123.1 mg。按照《中国药典》2010 年版一部附录 II 检查, 符合胶囊剂项下的有关规定。

(上接第 24 页)

研究确定的处方工艺条件, 对黄连解毒提取物中盐酸小檗碱等 3 个成分的包封率均不高, 可能是由于复方药物所含化学成分较为复杂, 各成分均可吸附、缠绕、包埋于微球中, 占据基质材料形成的网状结构中的“位点”, 导致单一成分的包封率下降。黄芩苷包封率较低, 不到 10%, 提示基质配方可能不适用于黄酮类成分。可考虑改用甲壳素、海藻酸钠高分子材料作为黏附性材料或直接聚合成球, 有

### 3 讨论

制备软材时, 以“握之成团, 触之即散”为度, 过筛时不应有长条状以及过多细粉。颗粒干燥时, 应缓慢升温, 以免湿粒中的淀粉或糖类因骤受高温而糊化或融化, 或颗粒表面先干而结成膜, 内部水分不易挥散。待湿粒基本干燥时要进行翻动, 以使颗粒烘干均匀, 但不能过早翻动, 以免增加细粉。

日常生活中, 民间有将玉米须泡水饮用保健的习惯, 国外目前已经有玉米须提取物的非处方药品, 但存在着服用量大的缺点。本文将水提液中的主要有效部位——玉米须多糖制备成胶囊, 降低了服用剂量, 同时有助于促进玉米须药物资源的开发利用、变废为宝, 产生社会效益和经济效益。

#### [参考文献]

- [1] 郑鸿雁, 闵伟红, 昌友权, 等. 玉米须多糖调节免疫功能研究[J]. 食品科学, 2004, 25(10): 291.
- [2] 刘娟, 韩晓强, 姜博. 玉米须多糖治疗糖尿病作用机制的研究[J]. 中国新药与临床药理, 2006, 17(4): 242.
- [3] 杜娟, 许启泰. 玉米须多糖的清热利胆作用及急性毒性研究[J]. 时珍国医国药, 2007, 18(1): 75.
- [4] 窦传斌, 杜娟, 许启泰. 玉米须多糖的利尿作用研究[J]. 河南大学学报: 医学版, 2007, 26(3): 35.
- [5] 范晓艳, 吕冬霞, 金岳雷, 等. 玉米须多糖对人肝癌 SMMC-7721 细胞 Caspase-3 和 p53 表达的影响[J]. 黑龙江医药科学, 2007, 30(6): 3.
- [6] 杜娟, 许启泰. 玉米须多糖降低试验动物体重的作用机制研究[J]. 中国药理学通报, 2007, 23(6): 816.

[责任编辑 仝燕]

待进一步研究确定。

#### [参考文献]

- [1] 高濂英树. 黄连解毒汤组成生药的胃黏膜保护作用之机理[J]. 国外医学·中医中药分册, 1991, 13(6): 37.
- [2] Takase H. 黄连解毒汤及其构成草药抗溃疡作用的特点[J]. 国外医学·中医中药分册, 1990(2): 28.

[责任编辑 仝燕]