

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 LG-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

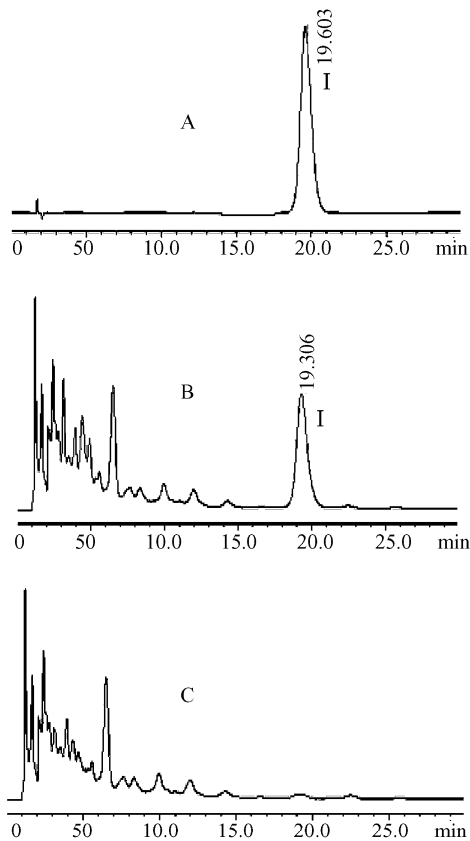


图 1 HPLC 色谱图

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

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.