

β-环糊精包合干姜提取物的方法比较

傅秀娟,何兵,刘艳

(泸州医学院药学院药剂学教研室,四川泸州 646000)

摘要 目的:制备干姜提取物的β-环糊精包合物,增加其稳定性。方法:分别采用研磨法、超声法及饱和水溶液法对干姜提取物进行包合,以HPLC法测定其中6-姜辣素含量,以包合物得率和包合率加权评分为指标,确定最佳包合方法。结果:以研磨法制备的包合物得分最高。结论:研磨法包合干姜醇提物的效果最佳。

关键词 β-环糊精;包合;研磨法;超声法;饱和水溶液法

中图分类号 R943 文献标识码 A 文章编号 1000-2669(2011)2-0127-03

COMPARISON OF DIFFERENT METHODS FOR ZINGIBER OFFICINALE ROSC.EXTRACT INCLUSION

Fu Xiujuan, et al

Department of pharmaceutical Analysis, School of Pharmacy, Luzhou Medical College

Abstract Objective: To prepare β-cyclodextrin inclusion complex of Zingiber officinale Rosc.extract, in order to enhance its stability. **Methods:** Grinding method, ultrasonic method and saturated aqueous solution method were investigated. The content of 6-gingerol was determined by HPLC, and with the weighted grading of inclusion rate and yield rate as the index, the optimum method was defined. **Results:** Grinding method scores highest. **Conclusion:** Grinding method is the optimum method for Zingiber officinale Rosc.ethanol extract.

Key words β-cyclodextrin; Inclusion; Grinding method; Ultrasonic method; Saturated aqueous solution method

干姜为姜科植物姜(Zingiber officinale Rosc.)的干燥根茎,主产于四川、湖南等地,其味辛、大热。归脾、胃、心、肺经。功能温中散寒,回阳通脉,燥湿消痰^[1],被誉为温中回阳之要药。现代研究表明,干姜中的挥发性成分与非挥发性成分均为其药理作用的相关成分,如姜酚和姜烯有强心升压的作用;6-姜辣素可促进胆汁分泌;姜油、姜酚、姜烯酮可镇静、镇痛、解热等^[2]。干姜中的有效成分稳定性差,在贮存过程中易发生热解、水解及氧化反应^[3],使有效成分发生降解,从而降低疗效。故本次研究采用β-环糊精包合技术对提取物进行包合,以提高产品的稳定性。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

KQ3200B型超声波清洗器(昆山市超声仪器有

限公司);FC104电子天平(上海精科天平);78HW-1型恒温磁力搅拌器;戴安高效液相色谱仪(P680A LPG四元低压梯度泵,PDA-100二极管阵列检测器,TCC-100柱温箱,Chromleon色谱工作站)。

1.2 试剂

β-环糊精(成都科龙化工试剂厂);6-姜辣素对照品(成都曼思特生物科技有限公司,批号:200904-00218);干姜60%乙醇提取物(实验室自制);乙腈为色谱纯,水为重蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 包合物的制备

2.1.1 饱和水溶液法

精密称取β-环糊精10g,加入150ml蒸馏水,于热水浴中加热至β-环糊精完全溶解,制得β-环糊精饱和溶液。移取干姜醇提液1ml,缓慢滴加至β-环

糊精饱和溶液中,用磁力搅拌机搅拌 1h。置冰箱内(4℃)冷藏 24h,抽滤,沉淀以 60%乙醇洗涤 3次,每次 10ml。所得沉淀于 40℃干燥,即得包合物。

2.1.2 研磨法

精密称取 β-环糊精 10g,加入 3 倍量蒸馏水,共同置于研钵中混合均匀后,缓慢滴加干姜提取液 1ml,研磨 1h 后,置冰箱内(4℃)冷藏 24h,抽滤,沉淀以 60%乙醇洗涤 3次,每次 10ml。所得沉淀于 40℃干燥,即得包合物。

2.1.3 超声法

精密称取 β-环糊精 10g,加入 150mL 蒸馏水,于热水浴中加热至 β-环糊精完全溶解,制得 β-环糊精饱和溶液。移取干姜醇提液 1ml,缓慢滴加至 β-环糊精饱和溶液中,超声 1h。置冰箱内(4℃)冷藏 24h,抽滤,沉淀以 60%乙醇洗涤 3次,每次 10ml。所得沉淀于 40℃干燥,即得包合物。

2.2 色谱条件

色谱柱: Dikma Kromasil C18 (250mm×4.6mm, 5μm);流动相: 乙腈-水(55:45);检测波长: 280nm;流速: 1.0ml/min;柱温: 30℃。

2.3 标准曲线的制备

精密称取经五氧化二磷干燥至恒重的 6-姜辣素对照品,加甲醇制成浓度为 0.0984mg/ml 的对照品溶液。精密量取 6-姜辣素对照品溶液 2.0、4.0、6.0、8.0、10.0μl 进样,记录色谱图,测定其峰面积,并以峰面积值(A)对进样量(C)进行回归,得标准曲线方程为: $y=10.417x-0.0077$ $r=0.9999$ 。结果表明进样量在 0.1968μg~0.9840μg 间,进样量和积分面积间线性关系良好。

2.4 干姜提取物中6-姜辣素的含量测定

移取干姜提取物 0.5ml 于 50ml 容量瓶中,加入甲醇至刻度,用微孔滤膜滤过,取续滤液,即得干姜提取物供试品溶液。精密吸取 20μl,注入高效液相色谱仪中进行测定,记录峰面积,并计算含量为 3.874mg/ml(见图 1)。

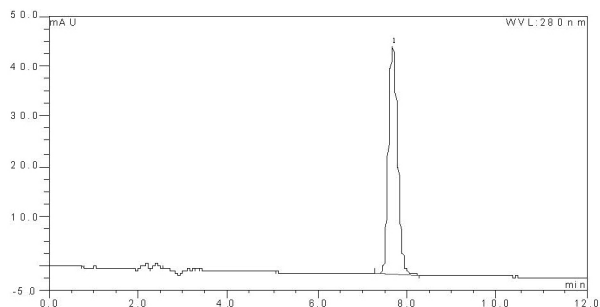


图 1 6-姜辣素 HPLC 图

2.5 包合物中 6-姜辣素的含量测定

精密称取包合物 8g,加入 30ml 75% 甲醇回流 1h,冷却后滤过,滤渣用 75% 甲醇洗涤 3次,每次 5ml。合并滤液及洗液,并定容至 50ml。精密吸取 20μl,注入高效液相色谱仪中进行测定,记录峰面积,并计算含量(见图 2)。

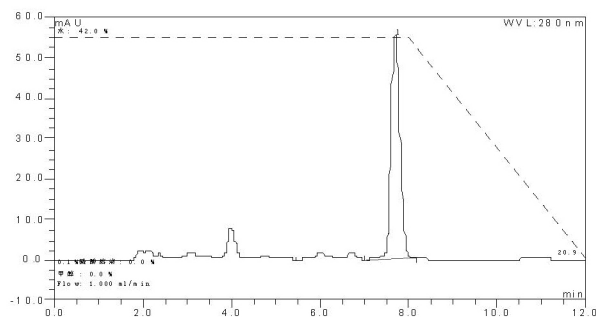


图 2 干姜提取物包合物 HPLC 图

2.6 包合物得率的计算

将 2.1 项下制得的包合物分别精密称定,并按下式计算包合物得率。饱和水溶液法、研磨法及超声法制得的包合物得率分别为 59.48%、83.10% 和 63.26%。

$$\text{包合物得率} = \frac{\text{包合物重量}}{\beta\text{-环糊精重量} + \text{加入干姜提取液重量}} \times 100\%$$

2.7 包合率的计算

将 2.1 项下制得的包合物按照 2.5 项下方法进行测定,并按下式计算包合率。饱和水溶液法、研磨法及超声法的包合率分别为 50.60%、85.34% 和 41.33%。

2.8 包合方法的比较

包合率为衡量包合效果的重要指标,包合率越高,包合效果越好,因此权重系数设为 0.7;收得率在实际生产中具有重要意义,在投入量一定的情况下,收得率越高,包合率越高,故权重系数设为 0.3。将饱和水溶液法和研磨法进行加权评分,结果(见附表)。

附表 不同包合方法考察结果表

包合方法	包合物收率(%)	包合率(%)	得分
饱和水溶液法	49.48	50.60	53.82
研磨法	73.10	85.34	80.77
超声法	53.26	41.33	53.68

结果表明,饱和水溶液法、研磨法和超声法三者相比较,得分由高到低依次为研磨法>饱和水溶液法>超声法,因此研磨法对干姜提取物的包合效果最佳。

3 讨论

目前对中药包合技术的研究,还主要集中在挥发油类物质上面,本文对干姜的醇提物的包合工艺进行了研究,这方面的研究国内外均尚少见,因此本次研究对除挥发油外的其他中药成分的包合具有一定的参考价值。

在包合物收率的计算公式中,由于干姜提取物中含有一定水份,故计算所得包合物收率仅是一个相对的值,用于比较包合效果,而不是绝对的包合物收率。本次研究曾采用将干姜提取物换算成干姜干浸膏重量的方法进行计算,但误差较大。出于本文旨在比较不同包合方法的包合效果,因此暂时选择了文中的计算方法。对于提取物的包合物收率的计算,还有待于进一步摸索。

在色谱条件中选择流动相时,曾采用中国药典

2010版一部,“干姜”项下的方法进行测定,发现保留时间过长。故将流动相进行了调整,增大了有机相的比例,使6-姜辣素保留时间适中,分离度及对称度均良好。

参 考 文 献

1. 中华人民共和国药典[S].2010版.北京:化学工业出版社;
2. 沈映君主编.中药药理学[M].2008,12.北京:人民卫生出版社;
3. 康廷国. 中药鉴定学 [M]. 北京:中国中医药出版社. 2003,1;
4. 谢玲,左亚杰.β-CD包结挥发油工艺在中药制剂中的应用概况[J].湖南中医杂志,2006;2(1):156

(2010-08-30 收稿)

我院学报编辑部邓永强、邹雨轩获奖

为不断提高四川省高校科技期刊学术水平、编辑质量,持续培育一批精品、特色科技期刊,提升学术影响力和竞争力,进一步推动高校科技期刊事业的发展,四川省教育厅科技处于2010年9月开展了“首届四川省高校精品·优秀·特色科技期刊奖评比活动”。同时,为了总结经验,表彰先进,鼓励高校科技期刊编辑工作者提高政治素养和业务水平,勇于创新,锐意改革,认真做好编辑工作,不断提高期刊质量,四川省高等学校学报研究会受省教育厅科技处委托,同时开展了2010年四川省高校科技期刊优秀编辑工作评比活动。

《泸州医学院学报》在此次评比活动中脱颖而出,被四川省教育厅科技处评为“首届四川省高校优秀科技期刊”,副主编邓永强同志和编辑邹雨轩同志均被授予“首届四川省高校科技期刊优秀编辑”称号。