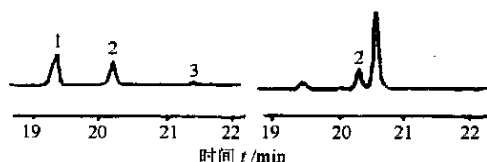


料,添加 2 mL 0.524 mg/mL 鸢尾酮对照品正己烷溶液,自然挥干后进行超临界萃取浸膏,并制备供试品溶液,测定,计算回收率。结果平均回收率为 97.13%,RSD 为 1.98% ($n=5$)。

3.6 样品测定:对两批栽培生产环境和陈化条件不同的原料进行测定,鸢尾酮质量分数分别为 687, 238 $\mu\text{g/g}$ ($n=6$)。表明鸢尾中鸢尾酮的含量差异较大。色谱图见图 4。



1- α -鸢尾酮 2- γ -鸢尾酮 3- β -鸢尾酮

1- α -irone 2- γ -irone 3- β -irone

图 4 鸢尾酮对照品(A)和样品(B)的气相色谱图

Fig. 4 GC of irone (A) and sample (B)

4 讨论

4.1 不同的程序升温条件对鸢尾酮与其他成分分离有一定的影响。试验发现程序升温速率为 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时, γ -鸢尾酮与样品中的脂肪酸不能达到基线分离,而升温速率为 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 分离效果较好。试

验考察了不同起始温度和终止温度对各组份分离的影响,结果表明起始温度 130 $^{\circ}\text{C}$ 、终止温度 220 $^{\circ}\text{C}$ 时分离效果较好、保留时间适宜。

4.2 两批原料的超临界浸膏测定结果表明,鸢尾酮的含量差异很大。这是因为鸢尾酮前体物的形成受生产环境影响,生产栽培条件的不同导致的前体物含量的差异,而陈化条件则影响了鸢尾酮前体物转化为鸢尾酮的生物转化过程,这两方面的因素严重影响了鸢尾酮的含量。鸢尾浸膏用做烟草添加剂,改善烟草风味、提高卷烟档次。应选择前体物含量高、陈化较好的鸢尾原料以获得鸢尾酮含量高、质量好的鸢尾浸膏。

References:

- [1] Sun C L, Lin J, Liu F C. Progress in synthesis of irones [J]. *Yunnan Chem Ind* (云南化学工业), 1996 (2): 13-19.
- [2] Goro A, Mac K, Yoshin T. Process for producing irone [P]. EP 049980A3, 1992-08-26.
- [3] Beatrice B, Didier C, Charles E. Bioconversion [P]. EP 353683A2, 1989-07-31.
- [4] Chen Y Z, Tu Y P. *Principle and Apply of Organic Mass* (有机质谱原理及应用) [M]. Beijing: Science Press, 2001.
- [5] Ning Y C. *Structure Determination of Organic Compound and Organic Spectroscopy* (有机化合物结构鉴定与有机波谱学) [M]. Beijing: Science Press, 2002.

均匀设计优选乳康胶囊中挥发油的包合工艺

武孔云¹,高文远²,梁光义^{1*}

(1. 贵阳医学院 药学系,贵州 贵阳 550002; 2. 天津大学药物科学与技术学院,天津 300072)

摘要:目的 对乳康胶囊中的挥发油进行包合,以减少损失。方法 以包合率为考察指标,采用均匀试验设计法对影响乳康胶囊中的挥发油包合的因素进行优选。结果 最佳包合条件为:挥发油(mL)与环糊精(g)量比为 1:6,40 $^{\circ}\text{C}$ 条件下包合 120 min。结论 最佳优选结果用于验证试验具有较好的重现性。

关键词:乳康胶囊;挥发油; β -环糊精;均匀试验

中图分类号:R284.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2004)08-0872-02

Optimum packing technology of volatile oil in Rukang Capsule by uniform test

WU Kong-yun¹, GAO Wen-yuan², LIANG Guang-yi¹

(1. Department of Pharmacy, Guiyang College of Traditional Chinese Medicine, Guiyang 550002, China;

2. College of Pharmaceutical Science and Biotechnology, Tianjin University, Tianjin 300072, China)

Abstract: **Object** To study the suitable conditions for the packing of volatile oil in Rukang Capsule, which will inhibit the loss of volatile oil. **Methods** With the packing rate as index, even design method was applied to investigate the optimal packing conditions. **Results** The optimal packing conditions were found to be: volatile oil volume (mL)-cyclodextrin (g) = 1:6, the packing process should be carried out for 120 min under 40 $^{\circ}\text{C}$.

Conclusion The repetition rate is very good in the repetition experiments.

Key words: Rukang Capsule; volatile oil; β -cyclodextrin; uniform test

乳康胶囊由乳香、香附、昆布等中药组成的纯中药复方制剂,对常见的乳腺疾病有较好的防治作用^[1-3]。方中乳香、香附含有挥发油。为防止挥发油逸失,保证其疗效发挥,将上述药材中挥发油提取后用β-环糊精包合,优选最佳包合条件,对乳康胶囊的贮藏及疗效发挥具有十分重要的意义。

1 仪器与材料

S10C-402 磁力加热搅拌器(上海生化仪器厂),β-环糊精(广东省郁南县环状糊精厂),挥发油测定仪(上海玻璃仪器厂)。乳香等 8 味中药经本院董丽莎教授鉴定,为《中华人民共和国药典》2000 年版规定品种。

2 方法与结果

2.1 挥发油的制备:取处方量 20 倍的药材,用水蒸气蒸馏法提取挥发油,在馏出液中加入 NaCl 至饱和态,静置过夜后滤取挥发油,用无水 Na₂SO₄ 脱水后得挥发油,约 24 mL,测其密度为 0.904 2 g/mL,于冰箱中保存。

2.2 因素水平的确立:影响挥发油包合的主要因素有β-环糊精、挥发油量比(A)、包合温度(B)、包合时间(C)。根据预试验结果及文献将 3 个影响因素设定为 7 个水平,以包合率为考察指标,根据 U₇(7⁶)均匀表安排试验。

2.3 试验设计及结果:取β-环糊精,加水 100 mL,使溶解,加入挥发油 1 mL (1 mL 乙醇稀释),依据均匀表中条件试验,包合后 4 ℃ 以下冷藏 24 h,滤过,滤饼用少量乙醚洗去未包合挥发油。40 ℃ 干燥至干,称重,得包合物量(g)。包合物加水 100 mL,水蒸气蒸馏,提取 4 h,读取挥发油体积,得包合物含油量(mL),求包合率。结果见表 1。

包合率 = 包合物含油量 / 包合物量 × 100 %

2.4 统计分析:以包合率为考察指标,用 Microsoft Excel 处理数据,进行回归分析,结果建立回归方程:
$$Y = -29.063\ 186\ 81 + 21.859\ 890\ 11 X_1 + 2.187\ 912\ 09 X_2 + 0.031\ 135\ 53 X_3 - 1.736\ 263\ 74$$

$X_1^2 - 0.028\ 021\ 98 X_2^2$,回归方程的相关系数 $P = 0.039\ 2 < 0.05$,说明回归方程通过检验,有意义。

表 1 U₇(7⁶)均匀设计及结果

Table 1 Design and results of U ₇ (7 ⁶) uniform test				
试验号	A/ (g · mL ⁻¹)	B/	C/ min	包合率/ %
1	3 1	25	60	60
2	4 1	35	105	76
3	5 1	45	45	80
4	6 1	20	90	75
5	7 1	30	30	80
6	8 1	40	75	80
7	9 1	50	120	70

分别求 Y 对 X₁、X₂、X₃ 的偏导数,并令其为 0,求得使包合率最大的最优条件为:β-环糊精、挥发油量的比为 6 1,包合温度为 40 ℃,包合时间为 120 min。理论计算得到最大包合率为 86.185 3 %。

2.5 验证试验:取挥发油 3 mL,按照均匀设计筛选的最优包合条件(β-环糊精、挥发油量的比为 6 1,包合温度为 40 ℃,包合时间为 120 min)进行包合,40 ℃ 干燥,重复 3 次,求得包合率为 86.38 %。

3 讨论

上述工艺验证结果表明,用饱和溶液法包合乳康胶囊中挥发油的最佳工艺:β-环糊精与挥发油量比为 6 1,40 ℃ 条件下包合 120 min,40 ℃ 干燥至干。该工艺的重现性好,平均包合率为 86.38 %,基本与理论预测值一致,说明该方程在选择的因素水平范围内,能较好的反映包合工艺的特性,并优化得到了最优的包合条件。

References :

[1] Wang G, Jiang Y Z, Ye T C. Identification of Jingzhirukang Capsules by TLC [J]. *Primary J Chin Mater Med* (基层中药杂志), 2002, 15(1): 11-12.
[2] Li Y, Qin W J, Cao Q X, et al. Research on the effect of primary Rukang Capsule treating cystic hyperplasia of breast [J]. *Chin J Inf Tradit Chin Med* (中国中医药信息杂志), 2000, 7(5): 30-31.
[3] Ma H, Tian L J, Liu L H. Analgesic and anti-inflammatory effects of Rukang Capsule [J]. *Tibet Sci* (西藏科技), 2001 (10): 49-51.

第十五届国际植物营养大会会议通知

第十五届国际植物营养大会定于 2005 年 9 月 14 - 19 日在北京举行,本次大会主题是植物营养在食品安全、人体健康和环境保护中的作用,大会设有食品质量与人体健康等 10 个专题。详情请参看大会专题网站:www.ipnc15.com,报名联系 E-mail:registration@ipnc15.com。报名截止时间:2004 年 9 月 30 日,联系人:中国农业大学西区资源与环境学院 米国华 吴华杰,电话:010-62893423。