

苦苷相对分子质量为 356.32,分子较小,所选树脂都有足够大的孔径^[4]。结合表 1、表 2,吸附容量大的树脂都具有较大的比表面积,SP700 具有明显大得多的比表面积,因此吸附量显著高于其他树脂。

孔容的大小直接影响树脂的体积比表面积(每 1 mL 湿树脂所具有的比表面积 m^2/mL)。实际应用中,体积比表面积对吸附容量起着重要作用,孔容增大引起体积比表面积下降,使吸附容量降低。D₄₀₂₀树脂,孔容大是其吸附容量较小的原因之一。AB-8 树脂孔容小,体积比表面积大,因而吸附量较大。

本实验结果表明非极性树脂 SP700 吸附容量大,易解吸,富集纯度高,对龙胆苦苷具有优良的吸附性能。

致谢:我校 99 级实习生陶荣亚、程伟、刘明峰参与部分工作。

水溶性儿茶素微胶囊的制备研究

田云¹,卢向阳^{1*},何小解²,黄成江¹,罗泽民¹,肖红波^{1*}

(1. 湖南农业大学 生化与发酵工程实验室,湖南 长沙 410128; 2. 中南大学湘雅二医院 小儿肾病研究室,湖南 长沙 410011)

儿茶素作为天然抗氧化剂和自由基清除剂,已广泛应用于食品、医药及化工等领域^[1]。但由于儿茶素中的酚羟基很活泼,在外界各种条件下极易发生氧化、聚合或缩合,从而失去抗氧化活性及其他生物学功能,使之在贮存和应用中受到了很大限制。而微胶囊技术则是解决这一问题的有效途径^[2]。

采用微胶囊技术可以对各种有效成分或配料进行包囊化,目前,油性物质的微胶囊技术已经比较成熟,而水溶性物质的微胶囊则研究得较少,国外已经商品化的水溶性物质的微胶囊产品主要有硫酸亚铁^[3]、柠檬酸等,国内对该方面的研究主要有碳酸氢钠^[4]、维生素 C^[5]、左旋肉碱^[6]等。本实验采用喷雾干燥法研究水溶性儿茶素的微胶囊,以期制备理化性质稳定的儿茶素微胶囊产品,使儿茶素的应用更加广泛、有效。

1 材料与设备

1.1 材料与设备:儿茶素(湖南金农生物资源股份有限公司);LPG-5 型高速离心喷雾干燥机(常州

References :

- [1] Tan R X, Hu J, Kong J D, et al. The new secoiridoid glycosides from *Gentiana algida* [J]. *Planta Med*, 1997, 63(6): 567-569.
- [2] Tan R X, Kong L D, Wei H X. Secoiridoid glycosides and an antifungal anthranilate derivative from *Gentiana tibetica* [J]. *Phytochemistry*, 1998, 47(7): 1223-1226.
- [3] Kakuda R, Iijima T, Yaoita Y, et al. Secoiridoid glycosides from *Gentiana scabra* [J]. *Nat Prod*, 2001, 64(12): 1574-1575.
- [4] Ma X P, Jiang Z H, Yang Y Q, et al. Study on adsorption of ginkgo flavones with macroporous resins [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1997, 22(9): 539-542.
- [5] Bi Y Q, Hou X H, Mao S J, et al. The study of characteristics of adsorption and separation of different glycoside on macroporous resins [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2003, 28(3): 217-220.
- [6] Han L. *Practical New Technology of Chinese Materia Medica* (实用中药制剂新技术) [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2002.

市干燥设备厂);Milipore 超纯水机(密理博贸易有限公司);高效液相色谱仪(日本岛津公司,包括 SPD-10AT 紫外检测器、LC-10AP VP 泵、Class-1 VP 色谱工作站);S-570 型扫描电子显微镜;离子溅射仪。

1.2 方法

1.2.1 儿茶素微胶囊的制备:将乳化剂 A(聚乙二醇)和乳化剂 B 用乙醇混合溶解,然后将用乙醇溶解的儿茶素缓慢加入该溶液中,充分混合乳化,将该乳化液进行喷雾干燥,得微胶囊产品。喷雾条件:进风温度为 130 左右;出风温度为 95 左右。

1.2.2 儿茶素微胶囊的产率和效率

产率 = 产品中儿茶素总量 / 加到悬浮体系中的儿茶素量 × 100 %

效率 = (1 - 产品表面的儿茶素量 / 产品中儿茶素总量) × 100 %

1.2.3 儿茶素含量的测定:精密称取适量微胶囊,置研钵中加少量蒸馏水研磨成糊状,浸提 24 h,滤

* 收稿日期:2003-11-03

基金项目:国家科技部攻关计划项目(2001BA535C);湖南省教育厅重点资助项目(02A015)

作者简介:田云(1979-),男,湖南沅江人,硕士研究生,研究方向为天然产物开发与利用。Tel: (0731) 4635292

E-mail: tianyun79616@163.com

* 通讯作者

过,定容至 100 mL 量瓶中;适量原料直接用水溶解并定容至 100 mL 量瓶中。然后采用高效液相色谱测定儿茶素的含量。色谱条件:色谱柱: Nova-Pak C₁₈(3.9 mm ×150 mm);流动相: *N,N*-二甲基甲酰胺-甲醇-冰醋酸(80:4:3);二元梯度洗脱(A相为超纯水,B相为流动相):B相比例由初 12%经 20 min 变为 30%;检测波长:278 nm;柱温:35 °C;体积流量:1.0 mL/min;进样量:10 μL。

1.2.4 微胶囊产品中水分的测定:采用真空烘箱干燥法。

水分质量分数 = (干燥前微胶囊质量 - 干燥后微胶囊质量 / 干燥前微胶囊质量) × 100 %

1.2.5 微胶囊产品流动性评定:采用目测法。将微胶囊产品置于塑料薄膜上,稍微抖动塑料薄膜直接观察微胶囊产品的流动性。

1.2.6 微胶囊产品超微结构观察:采用扫描电子显微镜进行观察。

2 结果与分析

2.1 固形物含量对微胶囊产品质量的影响:改变喷雾干燥进料液中固形物的含量,所得儿茶素微胶囊产品的质量见表 1。从表 1 可以看出:随着固形物含量的增加,微胶囊产品的产率和效率均有所上升,这可能是固形物含量增加时,体系的黏度增大,减少芯材向壁表面的迁移,能更好地包埋芯材,从而有利于提高产品的致密性。但是当固形物含量过高时,进料黏度的增大会增加料液的雾化困难,并使喷头发生堵塞现象。综合微胶囊产品质量的各项指标,固形物的量以 25 % 为宜。

表 1 固形物含量对微胶囊产品质量的影响

Table 1 Effect of concentration of slurry on microencapsulation quality

固形物/ %	产率/ %	效率/ %	水分/ %	流动性
15	54.61	32.09	4.34	++
20	61.61	53.09	3.62	-
25	62.39	57.80	3.69	+

“-”表示流动性较差,“+”表示流动性较好。下同。

“-” shows mobility is relatively bad, “+” shows mobility is relatively well. The following tables are same.

2.2 芯材包埋量对微胶囊产品质量的影响:改变芯材儿茶素的包埋量,利用喷雾干燥法制备的微胶囊产品质量见表 2。从表 2 可以看出,随着芯材与壁材比例的提高,微胶囊产品的产率和水分含量改变较小,流动性显著增强,但当芯材与壁材的比例提高到 7:3 时,产品效率下降很多,这可能是由于包埋量太大,从而降低了壁材对芯材的包覆效果,导致产品

表 2 儿茶素包埋量对微胶囊产品质量的影响

Table 2 Effect of embedding material of catechine on microencapsulation quality

芯材	壁材	产率/ %	效率/ %	水分/ %	流动性
5	5	56.99	53.96	3.44	--
6	4	56.27	56.05	3.99	++
7	3	65.34	32.98	4.23	++++

的效率较低。综合微胶囊产品质量的各项指标,芯材:壁材以 6:4 为宜。

2.3 壁材组成对微胶囊产品质量的影响:通过改变壁材组成,利用喷雾干燥法所得微胶囊产品的质量见表 3。从表 3 可以看出:壁材组成的改变对微胶囊产品的产率影响不显著,但随着乳化剂 A 的增加,微胶囊产品的效率和水分含量都表现为先上升后下降。但是当乳化剂 A 与乳化剂 B 的比例提高到 9:1 时,其流动性明显下降。综合微胶囊产品质量的各项指标,乳化剂 A:乳化剂 B 以 8:2 为宜。

表 3 壁材组成对微胶囊产品质量的影响

Table 3 Effect of wall material composition on microencapsulation quality

乳化剂 A	乳化剂 B	产率/ %	效率/ %	水分/ %	流动性
7	3	58.05	41.25	3.25	+++
8	2	60.11	57.31	4.48	+++
9	1	60.45	44.43	3.92	-

2.4 微胶囊结构的电镜观察:见图 1。可见,通过喷雾干燥法所获得的微胶囊产品不是完全均匀一致,为 30 ~ 150 μm 的较规则球状颗粒。该产品表面光滑完整、无裂缝,但略有凹陷,而凹陷为喷雾干燥微胶囊化产品普遍所具有的特征。微胶囊囊壁的局部结构表现为致密的整体结构,说明该产品具有较好的包埋效果。

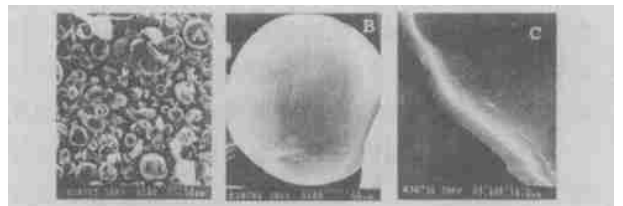


图 1 儿茶素微胶囊的超微结构(A)、表面结构(B)和囊壁结构(C)

Fig. 1 Ultramicro-structure (A), surface structure (B), and wall structure (C) of catechine microcapsule

3 结论

喷雾干燥法制备儿茶素微胶囊最适因素主要为:固形物的量为 25%;芯材与壁材比例为 6:4;乳化剂 A 与乳化剂 B 比例为 8:2;喷雾条件为:进风温度为 130 °C,出风温度为 95 °C。

References :

- [1] Zhang S, Liu Z H, Huang J A, *et al.* Study on the preparation of high content tea catechins with macroporous adsorption resin [J]. *J Tea Sci* (茶叶科学), 2002, 22(2): 125-130.
- [2] Zhang K D, Xu D M, Wang P. Microencapsulation method [J]. *J Functional Polymers* (功能高分子学报), 2001, 14(4): 474-480.
- [3] Jackson L S, Lee K. Microencapsulated iron for fortification [J]. *J Food Sci*, 1991, 56(4): 1047.
- [4] Guo Y, Xu S Y. Microencapsulation of sodium bicarbonate [J]. *J Wuxi Univ Light Ind* (无锡轻工大学学报), 2001, 20(6): 612-614.
- [5] Fan G L, Qu R L, Zhou W Y, *et al.* The research of microencapsulation of water-soluble vitamin C [J]. *J Tianjin Univ* (天津大学学报), 1996, 29(4): 592-597.
- [6] Guo Y, Xu S Y. Controlled-releasing of carnitine microencapsulation [J]. *J Wuxi Univ Light Ind* (无锡轻工大学学报), 2002, 21(2): 160-163.

HPLC 法测定小儿磨积片中厚朴酚的含量

陈妍¹, 张国智², 林翠英^{3*}

(1. 天津天士力进出口贸易有限公司, 天津 300402; 2. 天津力生制药股份有限公司, 天津 300111; 3. 天津中医学院, 天津 300193)

小儿磨积片是由泽泻、山楂、厚朴、干酵母等药组成的中药复方制剂, 具有消食积、和胃止呕、舒气宽胸之功效, 适用于小儿消化不良、停乳呕吐^[1]。厚朴具有行气消积、燥湿除满的功效, 含有厚朴酚、和厚朴酚、木兰箭毒碱等成分, 其中厚朴酚是有效成分之一^[2]。厚朴酚的高效液相测定方法报道很多^[3], 但关于小儿磨积片的质控方法尚无报道。本实验采用 HPLC 法对小儿磨积片中厚朴酚的含量进行测定。结果表明, 此方法操作简单、准确度高、重现性好。

1 试药与仪器

厚朴酚对照品(含量测定用)由中国药品生物制品检定所提供, 小儿磨积片由天津同仁堂制药厂生产; 甲醇为色谱纯, 乙醇为分析纯, 水为重蒸水。安捷伦公司 HP1100 型高效液相色谱仪, Autoscience TC100 色谱柱恒温箱, KQ50B 型超声仪。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(75:25); 流速: 1.00 mL/min; 柱温: 30 °C; 紫外检测波长: 294 nm; 理论塔板数按厚朴酚峰计算应不低于 6 000。各成分分离良好(图 1)。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备: 精密称取厚朴酚对照品 15.75 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加 95% 乙醇超声溶解, 稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品储备溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备: 取小儿磨积片适量, 除去糖衣, 研细, 混合均匀。取细粉约 0.3 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 95% 乙醇 10 mL, 密

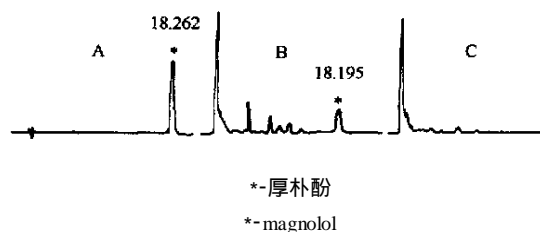


图 1 厚朴酚对照品(A)、小儿磨积片(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC of magnolol (A), Xiao'er Moji Tablet (B), and negative sample (C)

塞, 称定质量, 超声提取 15 min。放至室温, 加 95% 乙醇补足减失质量, 摇匀, 离心, 上清液用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.2.3 阴性对照溶液的制备: 按处方自制不含厚朴的小儿磨积片 200 g, 取适量按供试品制备项下方法制备阴性对照溶液。

2.3 标准曲线的制备: 分别精密吸取厚朴酚对照品储备溶液 1.0、2.0、3.0、5.0、8.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 用 95% 乙醇稀释至刻度, 摇匀, 分别进样 5 μL。以厚朴酚浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 进行线性回归, 得回归方程: $Y = 7\,206.276\,11 X - 8.133\,09$, $r = 0.999\,96$ 。结果表明厚朴酚在 0.032 ~ 0.252 mg/mL 与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 精密度试验: 取小儿磨积片供试品溶液, 进样 5 μL, 连续进样 6 次, 测定厚朴酚峰面积, 计算其 RSD 为 0.89% ($n = 6$)。

2.5 稳定性试验: 取小儿磨积片供试品溶液及厚朴酚对照品溶液, 室温放置, 于 1、3、5、7、9 h 进样 5 μL