

多少有所不同。结合笔者以前测定的远志蜜炙后总皂苷的量大于蜜炙前(该实验另作报道),表明蜜炙对远志中化学成分的影响可能在于改变了成分间的比例关系且增加其溶出率。这也可从远志皂苷的稳定性较差得到佐证。

远志和炼蜜的简单混合物(比例为 5:1)与蜜远志的共有模式比较,相关系数为 0.876 5,说明简单混合物与经炮制加工的蜜远志有差异,确证炮制对远志化学成分有一定的影响。

流动相的选择:远志甲醇提取物的成分较多,在等梯度条件下,难以达到理想的分离效果,故选用梯度洗脱,在实验过程中反复调整流动相梯度,由于仪器自身的性能无法采用非线性梯度,在 70~80 min 出的一簇峰始终分不开,但对于使用软件评价的相似度结果影响不大。

远志皂苷稳定性较差且提纯较难,目前尚无法定对照品(仅有供薄层扫描用的远志皂苷元)。本实验采用远志的一个特征峰作为内参比峰,借助现在使用较为方便的相似度评价软件,得到的结果较为

可信。考虑到取样量的影响,采用单位峰面积进行计算,结果更为可靠。

远志发挥药效的主要物质是皂苷类成分,课题组的前期研究证明远志的胃肠毒性物质亦可能是皂苷成分^[3]。远志皂苷母核为五环三萜类,连接的糖基种类、位置及母核中双键位置不同而形成不同的皂苷。蜜炙远志后毒性降低的原因,是否因蜜炙使不同类型之间的皂苷相互转化,造成毒性较大的某些皂苷转化成毒性相对较小的皂苷,从而使总皂苷的整体毒性降低,这些问题有待于下一步深入研究。

References:

- [1] Jiang Y, Tu P F. Progress in studies on *Polygala tenuifolia* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2001, 32(8): 759-761.
- [2] Wang J, Guo J, Wu Y, et al. Acute toxicity and influence damaged to the stomach mucous membrane of *Polygala tenuifolia* and the kinds of prepared [J]. *Chin Med Res Clin* (中国医学研究与临床), 2005, 3(2): 5-6.
- [3] Wang J, Wu H H, Wu Y, et al. Compare studies on acute toxicity between *Polygala tenuifolia* and onjisapoinins and the prepared [J]. *Pharmacol Clin Chin Mater Med* (中药药理与临床), 2004, 20(6): 21-23.

天麻的超微粉碎及其性能研究

马晶晶,傅正义,苏艳丽,马培燕

(武汉理工大学 材料复合新技术国家重点实验室,湖北 武汉 430070)

现代研究表明,生物机体对药物的吸收、代谢、排泄是一个极其复杂的过程,中药产生的药理效应不能唯一地归功于该药物的化学组成,还应与药物的物理状态等密切相关。当颗粒尺寸达到纳米级时,由于量子尺寸效应和表面效应,纳米粒子呈现出新的物理、化学和生物学特性。这就是应用中药纳米技术可能使药物活性和生物利用度提高乃至产生新的特性依据所在^[1]。

国内外学者在中药纳米化方面做了大量的研究^[2~4]。徐辉碧等将矿物中药雄黄^[5]和石决明^[6]粉碎到纳米级,理化性质和疗效均发生了显著变化。天麻为兰科植物天麻 *Gastrodia elata* BL. 的干燥块茎,具平肝息风止痛之功效,含天麻素、天麻苷元等酚类化合物及甾醇、有机酸、多种氨基酸、多糖、核

苷、淀粉等成分,其中天麻素为天麻的主要有效成分^[7]。本实验采用超细粉碎机对天麻进行了超微粉碎,用 Zeta PALS 粒度分布仪、SEM、TEM、FTIR 对其进行了表征,并对粉碎前后的天麻的主要成分天麻素进行了测定。

1 仪器和试剂

高速离心剪切式超细粉碎机(HSCS),日本奈良机械制作所;Zeta PALS 光散射粒度分布仪(美国 Brookhaven 公司);JSM-5610LV 型扫描电子显微镜;莱茨 Orthoplan 偏光显微镜;60SXB 型傅里叶变化红外光谱仪;美国 Agilent 1100 Series 液相色谱仪;KQ-50B 超声波清洗器。天麻购于湖北省中药材公司,经湖北中医研究院鉴定为兰科植物天麻的干燥根茎。天麻素对照品购于中国药品生物

收稿日期:2006-01-23

基金项目:国家自然科学基金资助项目(50272047, 50220106657)

作者简介:马晶晶(1981—),女,湖北省随州市人,硕士,研究方向:纳米技术在中药研究中的应用。

Tel: (027) 87867824 E-mail: mjjmbb@sohu.com

制品检定所。甲醇、磷酸均为色谱纯。

2 方法与结果

2.1 纳米天麻溶液的制备:将天麻洗净晾干后放入烘箱内 50℃ 干燥后常规粉碎,过 180 目筛,得天麻细粉。取 15 g 细粉,加入 270 mL 水作为分散剂,投入 HSCS 投料罐中粉碎,即得。

2.2 粉碎后粒度分布:采用 Zeta PALS 光散射粒度分布仪对粉碎后天麻的粒径分布进行了测量,所得结果见图 1。可以看出,粉碎后天麻的粒径为 59.9~321.8 nm,平均粒径为 138.8 nm,曲线呈正态分布,且粒径分布较窄。高速离心剪切式超细粉碎机对天麻施加的强大的剪切力和压缩力将天麻厚壁细胞、薄壁细胞、草酸钙针晶、导管等完全粉碎,细胞壁内的物质充分溶出,均匀混合在一起。

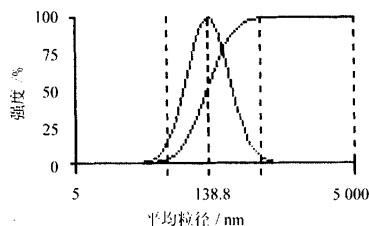


图 1 超微粉碎后天麻的粒径分布

Fig. 1 Particle diameter distribution of ultrafine ground *G. elata*

2.3 显微结构:利用 JSM-5610LV 型扫描电子显微镜图对天麻细粉的显微形貌进行了表征,结果见图 2。在天麻细粉中,颗粒大小形状不规则,可以看到细胞的结构,粒径为 50~200 μm。图 3 为纳米粉碎后天麻的透射电镜图。可以看出,天麻经过纳米粉碎后,颗粒分布较均匀,平均粒径为 200 nm,这与粉碎后采用粒度分析仪测试的平均粒径相比,颗粒粒径有所长大,可能是两种方法分析的差异所致。



图 2 原粉的 SEM

Fig. 2 SEM of original powder

2.4 粉碎前后红外光谱分析:采用 60SXB 型傅里叶变化红外光谱仪对粉碎前后的天麻的基团结构进

行了测试,测试过程中采用 KBr 制片。见图 4。可以看出,粉碎前后红外谱图谱带的位置、数目、形状基本上没有发生变化,可以认为,粉碎前后其主要成分的基团结构没有发生变化。

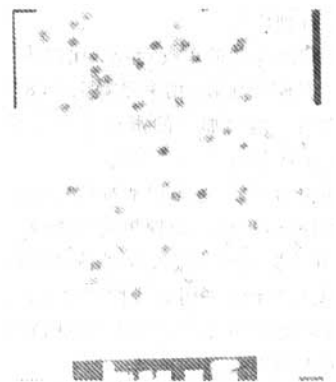


图 3 粉碎后天麻的 TEM

Fig. 3 TEM of ground *G. elata*

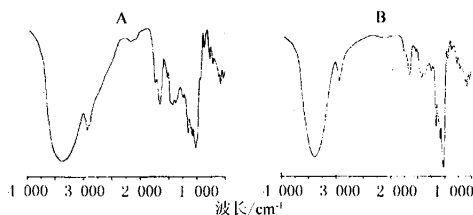


图 4 天麻原粉(A)和粉碎物(B)的红外光谱图

Fig. 4 FTIR of *G. elata* before (A) and after (B) ultrafine grinding

2.5 粉碎前后天麻素的比较:取纳米粉碎后溶液 9.5 g,置于 25 mL 量瓶中,精密加入甲醇 2 mL,称定质量,超声处理 30 min,静置 24 h,振摇后再超声处理 15 min,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,静置,取上清液离心。同时,取原粉 0.5 g,加入 9 mL 水,同上处理,取上清液离心即得。

色谱条件^[8]:以 SSEXSIL ODS (150 mm × 4.6 mm, 5 μm) 柱为分析柱,甲醇-0.05% 磷酸 (35:96.5) 为流动相,体积流量为 0.8 mL/min,在 270 nm 处检测,柱温 25℃。

根据外标法计算粉碎前后的天麻素的质量分数,分别为 8.71、9.55 mg/g。天麻经过超微粉碎后,天麻的厚壁细胞、薄壁细胞、草酸钙针晶等被充分打碎,天麻素充分溶出,粉碎后天麻素的质量分数比超微粉碎前提高了 18.6%。色谱图见图 5。

3 讨论

利用高速离心剪切式超细粉碎机超微粉碎方法

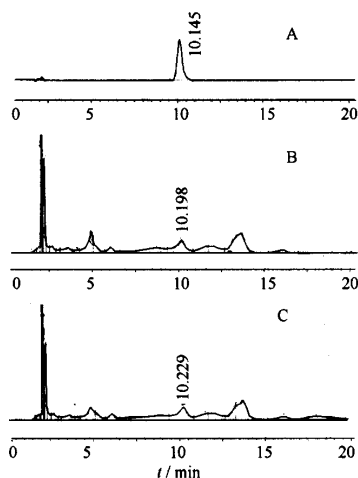


图 5 天麻素对照品 (A)、天麻超微粉碎前 (B) 及粉碎后 (C) 的 HPLC 图谱

Fig. 5 HPLC Chromatograms of gastrodine reference substance (A), *G. elata* before (B) and after (C) ultrafine grinding

获得纳米天麻颗粒,其平均粒径为 138.8 nm,有效成分的基团结构没有被破坏,其中有效成分天麻素

的量比超微粉碎前提高了 18.6%。

HSCS 超微粉碎方法使得天麻细胞壁完全破碎,有效成分直接溶出,从而提高了有效成分的提取率。天麻的 HSCS 超微粉碎为中药超细化研究提供了一个新的平台。

References:

- [1] Xu H B, Yang X L, Xie C S, *et al.* The application of nano technology on traditional Chinese drug [J]. *J China Pharm Univ* (中国药科大学学报), 2001, 32(3): 161.
- [2] Damge C, Michel C, Aprahanian M, *et al.* New approach for oral administration of insulin with polyalkcyanoacrylate nanoparticles as drug carrier [J]. *Diabete*, 1998, 37: 246.
- [3] Nishioka Y, Yoshino H. Lymphatic targeting with nanoparticles system [J]. *Adv Drug Del Rev*, 2002, 47: 55-64.
- [4] Florence A T. The oral absorption of micro- and nanoparticles; neither exceptional nor unusual [J]. *Pharm Res*, 1997, 14: 259-266.
- [5] Xie C S, Yang X L, Xu B H. Preparation of nano magnet [P]. CN: 00116045.1, 2000-09-25.
- [6] Yang X L, Xie C S, Xu B H. Preparation of nano abalone shell [P]. CN: 01106679.2, 2001-04-30.
- [7] Wang L, Xiao H B, Liang X M, *et al.* The research (I) on chemical composition of *Gastrodia elata* Bl. [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(7): 584-585.
- [8] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.

红外二阶导数谱对地黄及其不同提取部位、炮制品的鉴定

白 雁¹, 孙素琴², 樊克锋¹, 王 东¹, 朱风云¹, 姜玉霞¹

(1. 河南中医学院, 河南 郑州 450008; 2. 清华大学 化学系, 北京 100084)

导数光谱也叫微分光谱,是对原始光谱数据进行微分处理而得到的吸光度对波长(或波数)的变化率曲线,实际就是在整个区域内沿原始光谱曲线计算出的每个数据点处的斜率曲线。随导数阶次的递增,依次可得到一阶导数谱、二阶导数谱、n 阶导数谱,其吸收带宽依次变窄,峰形变锐,光谱分辨率提高,但灵敏度却随着降低,通常以一阶和二阶导数光谱应用较多。

导数光谱在红外光谱中的应用主要为二阶导数谱^[1],该导数光谱可以提高分辨率,增大信息量,增强信息品质,突出谱图特征性,能很好的分辨谱图中重叠的峰,它的半峰宽只有原谱图半峰宽的 1/3,它能够容易地分辨出强峰上小的肩峰,这对测定峰位

及确定肩峰位置非常有效,因此被作为红外光谱技术鉴定中药的“三级鉴定”之一。本实验采用傅立叶红外光谱二级导数谱法对地黄不同提取部位、不同炮制时间中样品图谱进行分析,得到比较满意的结果。

1 仪器和测试条件

Perkin-Elmer 公司 Spectrum GX 傅立叶变换红外光谱仪,中红外 DTGS 检测器。测定的范围为 4 000~400 cm^{-1} ,SPD 速度 2 cm/s ,增益为 1,扫描信号累加 16 次,分辨率 4 cm^{-1} 。采用 Perkin-Elmer 公司的定性分析软件——对比软件(Compare)来比较两个红外光谱之间(或者一个光谱和一系列光谱之间)的相似程度。为了去除(或降低)仪器的噪音、空气中水和二氧化碳所产生的干扰,在对比软件中

收稿日期:2006-01-27

基金项目:河南省自然科学基金资助项目(004025000)

作者简介:白雁 (1951—),女,教授,主持和参与了多个国家和省级重点项目,获省级奖励多项,2002—2003 年赴加拿大纽芬兰纪念大学医学院合作研究分子生物技术,研究方向:利用现代分析手段对中药品质的研究。

Tel: (0371) 65962511 E-mail: white_yan@hotmail.com