

黄秋葵胶囊的制备及质量控制

杨群¹, 张锴^{2*} (1.绍兴文理学院元培学院, 浙江 绍兴 312000; 2.太极集团浙江东方制药有限公司, 浙江 绍兴 312000)

摘要: **目的** 研究黄秋葵胶囊的制备工艺, 建立其质量控制方法。 **方法** 采用 UV 测定多糖含量; 以加水量、提取次数、提取时间、提取温度为影响因素, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验, 以多糖含量为指标, 优选黄秋葵提取工艺; 将提取液过滤、浓缩、加辅料、一步制粒、填充胶囊。 **结果** 最佳提取工艺为: 加水量 10 倍, 提取时间 2 h, 提取温度 100 °C, 提取次数 3 次; 多糖标准曲线为: $Y=5.7460X+0.0841$, $r=0.9997$, 线性范围为: 0.007~0.036 mg·mL⁻¹, 平均回收率为 99.54% (RSD 为 1.29%); 处方辅料为: 黄秋葵浸膏-淀粉-硬脂酸镁(300 g : 300 g : 3 g); 该制剂各项检查均符合 2005 年版中国药典的相关规定, 胶囊多糖平均含量为 8.1%。 **结论** 黄秋葵胶囊制备工艺简单可行、合理, 质量稳定可控。

作者简介: 杨群, 女, 工程师 Tel: 13357585818 E-mail: yangqun5818@126.com *通信作者: 张锴, 男, 工程师 Tel: 13357583328
E-mail: zhangkai3328@126.com

关键词: 黄秋葵胶囊; 制备; 质量控制

中图分类号: R943.3

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2011)13-1323-04

Preparation and Quality Control of Okra Capsules

YANG Qun¹, ZHANG Kai^{2*} (1. Shaoxing University Yuanpei College, Shaoxing 312000, China; 2. Taiji Group, Zhejiang East Pharmaceutical Co., Ltd., Shaoxing 312000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To study the preparation of okra capsules and establish methods for its quality control. **METHODS** Polysaccharide content was detected by UV. Water volume, extracting times, extraction time, extraction temperature were taken for factors, $L_9(3^4)$ orthogonal test was used with polysaccharide content as indicators, to choose the best extraction process for okra capsules. Extract from filtration, concentrate, adding accessories, granulate and fill the capsule. **RESULTS** The best extraction process was 10 times the volume of water, extraction for 2 h, extraction temperature of 100 °C, extraction 3 times. The standard curve of the polysaccharide was $Y=5.746 0X+0.084 1$, $r=0.999 7$, the linear range was 0.007–0.036 mg·mL⁻¹. The average recovery was 99.54 % (RSD 1.29%). Accessories prescription was as follows: okra extract-starch-magnesium stearate(300 g : 300 g : 3 g). The results of the checks of this preparations were fit the relevant provisions of Ch.P(2005). **CONCLUSION** The preparation process of okra capsules is simple and feasible and reasonable. The quality is stable and controllable.

KEY WORDS: okra capsules; preparation; quality control

黄秋葵(*Abelmoschus esculentus*), 国外又名 okra, 是锦葵科秋葵属咖啡黄葵的果实, 一年生草本植物, 别名秋葵、羊角豆^[1], 在印度、欧洲等地又名“女人指”^[2]。原产于非洲、埃及及加勒比海的安提瓜、巴巴多斯, 是非洲和美洲及东南亚人民喜食的蔬菜之一。我国从印度引进, 现在全国各城市周边都有少量栽培。

黄秋葵富含多糖, 黄酮、维生素、矿物质、蛋白质、脂肪, 碳水化合物和膳食纤维的含量也很丰富^[3], 因此具有较高的营养价值和显著的保健和食疗效果。黄秋葵不仅对心脏、肠胃、皮肤具有保健作用, 还有抗疲劳的作用^[4]。黄秋葵在许多国家均作为运动员食用的首选蔬菜^[5], 更是老年人的保健食品。美、英、法、日等国都把它列入新世纪最佳绿色食品名录之中, 美国人还给了它一个更容易被记住的名字——“植物伟哥”; 日本人称之为“绿色人参”。

现代药理研究表明, 黄秋葵具有抗疲劳^[6]、提高机体免疫力^[7]、减少肺损伤^[7]和抗癌作用^[8], 而且毒性试验证明黄秋葵为无毒植物^[6]。

目前对黄秋葵开发的产品未见相关报道, 因此本试验研制黄秋葵胶囊, 并对制剂主要成分多糖含量等进行测定, 以为临床进一步开发该产品, 作前期的研究工作。

1 仪器、设备与材料

1.1 仪器和设备

LG10-2.4A 型高速离心机(北京京立离心机有

限公司); 可见分光光度计(北京华洋分析仪器有限公司); AR2130 型电子天平(梅特勒-托利多仪器有限公司); SHB-III 循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司); RE-52AA 旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂); SH-10 快速水分测定仪(上海恒平科学仪器有限公司); ZB-1D 智能崩解仪(天大天发科技有限公司); FL-3 型沸腾制粒机(常州市星星干燥设备有限公司)。

1.2 材料与试剂

1.2.1 材料 黄秋葵(浙江佳伊乐食品有限公司, 批号: 20100112, 供食用); 淀粉(菱花集团有限公司); 1 号空心胶囊(浙江东方制药有限公司)。

1.2.2 试剂 葡萄糖对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110833, 200302, 纯度>99.5%); 苯酚(汕头市西陇化工有限公司), 浓硫酸(汕头市西陇化工有限公司), 无水乙醇(上海高民化学试剂厂), 均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的配制

精密称取 105 °C 干燥至恒重的葡萄糖 25 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加蒸馏水溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 即得 0.25 mg·mL⁻¹ 葡萄糖溶液。

2.2 多糖线性关系考察

采用苯酚-硫酸法^[9]。精密量取上述对照品溶液 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 mL, 分别置具塞试管中, 分别精密加蒸馏水至为 1.0 mL, 精密加入 6% 苯酚溶液 1.0 mL, 混匀, 再精密加入浓硫酸 5.0

mL, 充分混合, 放置 10 min, 以空白试剂为对照, 在 490 nm 处测吸光值, 以吸光度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

结果测定的标准曲线为: $Y=5.746 0X+0.084 1$, $r=0.999 7$, 线性范围为: $0.007\sim 0.036 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

2.2 黄秋葵提取

2.2.1 正交实验设计 平行精密称取 9 份黄秋葵, 每份 20 g, 将黄秋葵置入锥形瓶中, 加入规定水量, 加热回流提取, 过滤, 合并滤液, 浓缩至稠膏状。以黄秋葵主要成分多糖含量为指标, 按正交表 $L_9(3^4)$ 安排试验。因素水平见表 1, 试验安排见表 2。

表 1 因素水平表

Tab 1 Factors and level

因素水平	加水量 (A)/倍	提取时间 (B)/h	提取温度 (C)/ $^{\circ}\text{C}$	提取次数 (D)/次
1	10	1.0	80	1
2	8	1.5	90	2
3	6	2.0	100	3

2.2.2 多糖含量测定^[9] 精密称取黄秋葵浸膏 4 g, 加入 3 倍量的无水乙醇, 4°C 冰箱静置沉淀过夜, 离心, 去除上清液。用无水乙醇洗涤沉淀物, 再放置 4°C 冰箱, 过夜沉淀, 抽滤, 用无水乙醇洗涤沉淀物, 最后用蒸馏水溶解, 定容到 50 mL, 摇匀, 以空白试剂为对照, 在 490 nm 处测吸光度, 由标准曲线计算含量。

2.2.3 正交试验结果 由极差 R 的大小, 可知 A 为主要因素, C 为最次要因素。最优工艺参数为: $A_1B_3C_3D_3$, 即加水量 10 倍, 提取时间 2 h, 提取温度 100°C , 提取次数 3 次。结果见表 2。

表 2 $L_9(3^4)$ 正交试验设计及结果

Tab 2 Design and results of $L_9(3^4)$ experiment

试验号	A	B	C	D	多糖提 取率/%
1	1	1	1	1	1.29
2	1	2	2	2	1.40
3	1	3	3	3	2.00
4	2	1	3	3	1.40
5	2	2	2	1	1.35
6	2	3	1	2	1.38
7	3	1	3	2	1.20
8	3	2	1	3	1.30
9	3	3	2	1	1.25
K1	4.69	3.89	3.97	3.89	
K2	4.13	4.05	4.00	3.98	
K3	3.75	4.63	4.60	4.70	
R	0.94	0.74	0.63	0.81	

2.2.4 验证实验 按“2.2.3”项下优选的最佳工艺提取黄秋葵, 平行做 3 次, 测得平均提取率为 2.05%, RSD 为 1.2%。

2.3 制粒

2.3.1 处方 取黄秋葵浸膏 300.0 g, 淀粉 300.0 g, 硬脂酸镁 3.0 g。

2.3.2 制粒 取处方量淀粉置一步制粒机内, 预热至 60°C , 将处方量浸膏喷入流化床内, 制粒, 至颗粒水分达 3.0% 左右时, 取出。

取上述干颗粒过 26 目筛进行整粒, 加入处方量硬脂酸镁, 混合均匀。

2.4 填充

取“2.3.2”项下颗粒及 1 号空心胶囊, 用 1 号胶囊板进行填充。

2.5 黄秋葵胶囊质量控制

2.5.1 性状 本品为胶囊剂, 内容物为棕色至棕黄色的颗粒; 气微香, 味淡。

2.5.2 水分测定 按中国药典 2005 年版一部(附录 IX)^[10] 烘干法测定, 胶囊水分平均含量为 2.93% ($n=3$), RSD=0.78%, 符合药典规定。

2.5.3 崩解时限测定 按中国药典 2005 年版一部(附录 XII)崩解时限检查法^[10] 测定, 胶囊的崩解时限均在 30 min 内, 均符合药典规定。

2.5.4 装量差异测定 按中国药典 2005 年版一部(附录 I L)装量差异检查法^[10] 测定, 结果表明 3 组胶囊的装量差异分别为 $\pm 5.1\%$, $\pm 4.3\%$, $\pm 4.5\%$, 均符合药典规定($\leq \pm 10\%$), 表明胶囊的内容物颗粒流动性好, 装量差异较好。

2.5.5 胶囊含量测定 采用苯酚-硫酸法^[9]。精密称取黄秋葵胶囊 6 g, 加入 3 倍量的无水乙醇加热回流 1 h, 照“2.2.2”项下方法, 自“ 4°C 冰箱静置沉淀过夜”起, 依法测定吸收度, 从标准曲线上读出供试品溶液中多糖重量(mg), 计算, 即得。结果多糖平均含量为 8.1%, RSD 为 1.9%。

2.5.6 加样回收率试验 精称葡萄糖对照品 5 份, 每份约 0.4 g, 分别加入 4.6 g 空白胶囊中, 照“2.5.5”项下方法操作测定, 根据回归方程, 求出回收率。结果平均回收率为 99.54%, RSD 为 1.29%。

2.6 稳定性试验

将黄秋葵胶囊 3 批样品, 分别置于 3 000 lx 光照, 温度 $40, 50, 80^{\circ}\text{C}$, 湿度 75%, 92.5% 条件下放置 10 d, 结果除在温度 80°C , 湿度 92.5% 时胶囊外观有变软、发黏、膨胀外, 其他各项均符

台要求。

将黄秋葵胶囊 3 批样品, 密封包装, 分别置于 3 000 lx 光照, 温度(40±2)℃, 湿度(75±5)% 条件下连续观察 3 个月, 分别于第 1 个月、2 个月、3 个月末各取样一次, 分别进行性状、内容物色泽、含量、崩解时限、水分测定, 结果均符合各项要求, 表明该制剂稳定。

3 讨论

黄秋葵具有抗疲劳作用, 提高机体免疫力等作用, 而目前对黄秋葵开发的产品未见相关报道, 本试验通过对黄秋葵胶囊进行了提取及制备工艺探索, 并对其质量进行了检测, 为进一步开发利用黄秋葵提供了一个重要依据。

黄秋葵的主要生理活性成分是多糖, 因此以多糖含量为指标来优选提取工艺及控制制剂质量。

回收率试验的结果说明本实验中含量测定的方法是可行的, 而且本法操作方便, 测定结果准确可靠。

通过对制备的胶囊进行性状、装量差异、崩解时限、含量的检查及稳定性考察, 证明所选择的处方及工艺良好。

由于时间限制, 黄秋葵胶囊的进一步稳定性

试验和药理学试验研究尚在进行之中。

参考文献

- [1] 李建华, 陈珊. 黄秋葵水提液抗疲劳的药效学观察[J]. 中国运动医学杂志, 2004, 23(2): 196-197.
- [2] 卢令格, 王光亚. 秋葵籽蛋白质的营养学研究[J]. 卫生研究, 1993, 22(4): 240-243.
- [3] SAHOOA P K, SRIVASTAVAB A P. Physical properties of okra seed [J]. Biosystems Engineering, 2002, 83(4): 441-448.
- [4] 张思娟. 锦葵科植物化学成分研究概况[J]. 华西药学杂志, 1992, 7(2): 104-105.
- [5] 王君耀, 周峻, 汤谷平. 黄秋葵抗疲劳作用的研究[J]. 中国现代应用药学, 2003, 20(4): 316-317.
- [6] ROMANCHIK-CERPOVICZ J E, TILMON R W, BALDREE K A. Moisture retention and consumer acceptability of chocolate bar cookies prepared with okra gum as a fat ingredient substitute [J]. J Am Diet Assoc, 2002, 102(9): 1301-1303.
- [7] 李建华, 陈珊. 黄秋葵水提取液抗疲劳的药效学观察[J]. 中国运动医学杂志, 2004, 23(2): 196-197.
- [8] 吕美云, 郭孟萍. 食用秋葵 6 种微量元素测定及药用价值初探[J]. 微量元素与隆康研究, 2000, 17(1): 46-47.
- [9] 金忠尧, 林建龙. 治疗皮肤癌的苗头中草药秋葵[J]. 中华实用中西医杂志, 2001, 29(10): 2256-2258.
- [10] 黄阿根, 董瑞建, 韦红, 等. 茶树花活性成分的分析与鉴定[J]. 食品科学, 2007, 28(6): 400-403.
- [11] Ch.P(2005)Vol I (中国药典 2005 年版. 一部)[S]. 2005: 附录 IX, 附录 XII, 附录 I L.