

# 天麻细胞级微粉碎和普通粉碎质量标准对比实验研究

刘 智 王 丽(贵阳 550001 贵州益康制药有限公司)

**摘要** 目的: 比较天麻细胞级微粉碎和普通粉碎在显微鉴别、天麻素及其他成分含量测定等方面的差异。方法: 同一批次天麻分别用细胞级粉碎设备和普通设备粉碎成超微粉和普通粉, 用显微镜观察和 HPLC 法测定两者的天麻素和其他成分含量。结果: 天麻超微粉不但是天麻素含量比普通粉高得多, 而且其他成分也高得多。结论: 天麻细胞级微粉碎和普通粉碎在显微鉴别、天麻素及其他成分含量测定方面均有差异; 证明天麻经细胞级微粉碎后的超微粉, 可以缩短提取时间, 提高活性成分提取率。

**关键词** 天麻; 细胞级微粉碎; 超微粉; 天麻素; 高效液相色谱法

## The experimental studies on quality standard of cellular level and ordinary pulverization for *Gastrodia elata* BL.

Liu Zhi, Wang Li (Guizhou EAKAN Pharmaceutical Co., Ltd., Guiyang 550001)

**ABSTRACT** **OBJECTIVE:** To compare micro identification, content of gastrodine and other ingredients of cellular level pulverization with those of ordinary pulverization for *Gastrodia elata* BL. **METHOD:** The same batch of *Gastrodia elata* BL. was pulverized into ultra-fine powder and ordinary powder by cellular level and ordinary pulverizer respectively, the characterizations of powder were indentified by micro identification and content determination of gastrodine and other ingredients were measured by HPLC. **RESULTS:** In addition to gastrodine, the content of other ingredients were much higher in ultra-fine powder than those in ordinary powder. **CONCLUSION:** There was significant difference of micro identification, content of gastrodine and other ingredients, between methods of cellular level and ordinary pulverization; Extracting time of active ingredients can be reduced and Extracting rate can be increased simultaneously by cellular level pulverizing.

**KEY WORDS** *Gastrodia elata* BL., cellular level pulverizing, ultra-fine powder, Gastrodine, HPLC

细胞级微粉碎是以植物类药材细胞破壁为目的的粉碎作业, 并不以细度为目的。天麻超微粉是使用细胞级粉碎设备, 将天麻药材粉碎制成; 粉碎特点是将天麻的细胞壁打破, 天麻细胞内的活性成分, 在溶剂存在的情况下, 可以不通过细胞壁或膜, 直接提取出来, 遗留少, 从而提高和加快药物提取率。普通粉碎是利用一般粉碎设备将天麻药材粉碎。具体实验以天麻有效成分之一——天麻素为指标进行实验。

### 1 仪器与试剂

显微摄影机(OLYMPUS AHBT<sub>3</sub> 型)。

高效液相色谱仪(岛津 LC-10AVP)。

BFM-6 型贝利微粉机(济南倍力粉技术工程有限公司研制)。

天麻素对照品(中国药品生物制品检定所; 批号: 0807-9903)。

甲醇为色谱纯; 其他试剂均为分析纯。

### 2 实验方法与结果

#### 2.1 制备两种粒径的天麻药粉

取同一产地的天麻药材 5W, 经初步普通粉碎成颗粒并混匀后, 半量以贝利微粉机粉碎成超微粉(粒径为: 10~45 $\mu$ m); 另半量以普通粉碎设备粉碎, 过 80 目筛, 再用 120 目筛过筛, 除去细粉, 得 80~120 目之间的普通粉(粒径为: 125

~180 $\mu$ m)。

#### 2.2 天麻超微粉、普通粉显微鉴别对照

取天麻超微粉、普通粉分别制成显微鉴别玻片, 置显微镜下观察并拍摄照片。

显微镜下观察天麻普通粉, 显示: 厚壁细胞为多角形, 直径 70~180 $\mu$ m, 壁厚约为 3~8 $\mu$ m, 木化; 含糊化多糖类物的薄壁细胞无色; 可见成束的草酸钙针晶; 见图 1。



图 1 天麻普通粉显微照片(20 $\times$  10倍)

显微镜下观察天麻超微粉, 显示: 难寻完整的细胞, 厚壁细胞和薄壁细胞皆成碎片; 草酸钙针晶散在且为碎片; 见图 2。

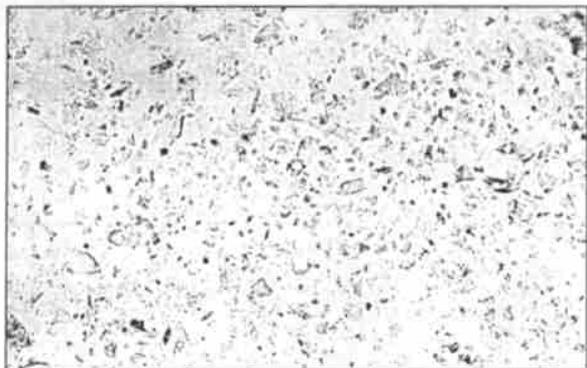


图2 天麻超微粉显微照片(20×10倍)

### 2.3 天麻超微粉和普通粉天麻素含量对比试验

**2.3.1 色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 甲醇—磷酸盐溶液(0.1 mol/L 磷酸二氢钾溶液和 0.1 mol/L 磷酸氢二钠溶液等量混合)-水(1.5: 3: 95.5)为流动相; 检测波长为 270nm。

**2.3.2 对照品溶液的制备** 精密称取经 80℃ 干燥 1h 后的天麻对照品 25mg, 置 50ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得(每 1ml 中含天麻素 0.5mg)。

#### 2.3.3 供试品(I)溶液的制备

分别取天麻超微粉和普通粉各 0.5g, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 精密加甲醇 5ml, 称定重量; 同法各制备 6 份, 同时置于同一超声仪中, 超声处理, 分别于 15, 30, 60, 90, 120, 180min 取出超微粉和普通粉量瓶各 1 只, 放冷, 再称定重量, 加甲醇补足减失的重量, 摇匀, 取适量上清液, 离心过滤, 即得。

**2.3.4 供试品(II)溶液的制备** 分别取天麻超微粉和普通粉各 0.5g, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 精密加甲醇 5ml, 称定重量; 同法各制备 6 份, 同时置于同一超声仪中, 超声处理 30min, 静置 24h, 振摇, 再超声处理, 分别于 15, 30, 60, 90, 120, 180min 取出超微粉和普通粉量瓶各 1 只, 放冷, 再称定重量, 加甲醇补足减失的重量, 摇匀, 取适量上清液, 离心过滤, 即得。

**2.3.5 测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

**2.3.6 结果** 供试品(I)测试数据见表 1 和表 2; 供试品(II)测试数据见表 3 和表 4。

表 1 样品编号: F010302

样品	提取时间						15min 至 180min 增幅
	15	30	60	90	120	180	
普通粉含量(%)	0.124	0.142	0.162	0.175	0.192	0.210	69.4%
超微粉含量(%)	0.303	0.312	0.320	0.327	0.331	0.333	9.9%
增幅(%)	144.4	119.7	97.5	86.8	72.4	58.6	

### 2.4 天麻超微粉和普通粉其他成分含量对比试验

**2.4.1 供试品溶液的制备和测定** 分别取天麻超微粉和普通粉 0.5g, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 精密加甲醇 5ml, 称定重量; 同时置于同一超声仪中, 超声处理 30min, 静置 24h, 振摇, 再超声处理 15min 放冷, 称定重量, 加甲醇补足减失的重

量, 摇匀, 取适量上清液, 离心过滤, 取滤液 5μl 注入液相色谱仪, 记录色谱图至天麻素峰保留时间的 5 倍, 其它条件和 方法同 2.3.1, 2.3.2 和 2.3.5。

表 2 样品编号: F01102

样品	提取时间						15min 至 180min 增幅
	15	30	60	90	120	180	
普通粉含量(%)	0.139	0.154	0.175	0.188	0.205	0.224	61.2%
超微粉含量(%)	0.318	0.327	0.336	0.342	0.346	0.350	10.1%
增幅(%)	128.8	112.3	92.0	81.9	68.8	56.2	

表 3 样品编号: F010206

样品	提取时间						15min 至 180min 增幅
	15	30	60	90	120	180	
普通粉含量(%)	0.204	0.204	0.207	0.215	0.222	0.226	10.8%
超微粉含量(%)	0.369	0.373	0.384	0.388	0.388	0.390	5.7%
增幅(%)	80.9	83.8	85.5	82.4	74.8	72.6	

表 4 样品编号: F010301

样品	提取时间						15min 至 180min 增幅
	15	30	60	90	120	180	
普通粉含量(%)	0.192	0.201	0.219	0.222	0.228	0.229	19.3%
超微粉含量(%)	0.356	0.360	0.371	0.378	0.379	0.382	7.3%
增幅(%)	85.4	79.1	69.4	70.3	66.2	66.8	

**2.4.2 结果** 在供试品色谱图中排除溶剂峰, 除天麻素峰外, 计算七个主峰的总峰面积, 并与天麻素对照品的峰面积比较, 即按天麻素计算得其他成分的含量, 结果见表 5。

表 5

	F010206		F010301		F010302	
	普通粉	超微粉	普通粉	超微粉	普通粉	超微粉
天麻素含量(%)	0.206	0.369	0.195	0.358	0.185	0.386
其他成分含量(%)	0.471	0.828	0.413	0.840	0.418	0.843

## 3 讨论

**3.1 供试品(II)溶液的制备**除增加“……超声处理 30min, 静置 24h, 振摇, ……”外, 其他同供试品(I)溶液的制备, 其目的是考查天麻含量测定时, 溶媒浸渍对含量测定结果的影响程度。

**3.2 从供试品(I)的结果**(表 1 和表 2)看出: 超微粉的含量测定数据比普通粉高得多; 天麻中的天麻素含量测定数据随超声提取时间延长而增大, 超微粉增幅平缓, 而普通粉增幅较多。

**3.3 从供试品(II)的结果**(表 3 和表 4)看出: 超微粉的含量测定数据仍然比普通粉高得多。

**3.4 比较供试品(I)和(II)的数据**可看出: 超声提取时间和溶媒浸渍处理两因素对天麻超微粉含量测定数据影响相对较小, 由此证明天麻经细胞级微粉碎后, 所含成分能充分释放出来; 天麻普通粉含量测定数据受超声提取时间和溶媒浸渍处理两因素的影响较大, 在建立天麻含量标准时, 应充分考虑这两个因素。

**3.5 从表 5 中看出**, 天麻超微粉不但是天麻素含量数据比普通粉高得多, 而且其他成分数据也高得多。

**3.6 综上所述**, 天麻细胞级微粉碎和普通粉碎在显微鉴别、天麻素及其他成分含量测定方面均有差异。证明天麻经细胞

级微粉碎后的超微粉,可以缩短提取时间,提高活性成分提取率。至于天麻超微粉与普通粉在药效、临床方面是否有差异,有待于进一步研究。

#### 参考文献

- 1 郭琪,杜晓敏,何煜.单方、复方细胞级粉碎和普通粉碎质量标准对比试验研究.中成药,2001,23(1):70.
- 2 中国药典.一部.2000:453.

收稿日期:2001-07-05