

广州市药材公司,经鉴定符合药典规定。溶剂:甲醇、95%乙醇、乙醚、氯仿(均为分析纯)。

2 提取方法

3.1 温浸法:取干净麦冬 1 kg,加 50℃温水 6 000 mL 浸渍 2 次,每次 2 h,合并浸渍液,用 8 层纱布过滤,得温浸液。

2.2 煎提法:取干净麦冬 1 kg,加热水提取 2 次,每次用 6 000 mL 水,提取 1 h,合并提取液,用 8 层纱布过滤,得煎提液。

2.3 醇提法:取干净麦冬 1 kg,加 65%乙醇回流提取 2 次,用醇量每次 6 000 mL,时间 1 h,合并提取液,用 8 层纱布过滤,得醇提液。

3 总黄酮的含量测定

3.1 标准曲线的绘制:取橙皮苷标准品 3 mg,精密称定,置 25 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,准确吸取 0.4、0.6、0.8、1.0、2.0 mL 分置 10 mL 容量瓶中,加甲醇稀释到刻度,摇匀。以甲醇为空白,于波长 283 nm 处测定吸收度,绘制标准曲线。回归方程为 $Y=0.3768+0.0034X$, $r=0.9997$ 。在 5~25 μg/mL 范围内符合 Beer 定律。

3.2 提取液的含量测定:分别取麦冬温浸液、煎提液、醇提液(约相当于生药 5 g),精密称定,加入适量硅藻土拌匀,置索氏提取器中,以 95%乙醇提取 4 h,提取液回收乙醇至干,加 3%硫酸 10 mL 浸过液,调 pH 至中性,加乙醚振荡萃取,取醚层,用 1 mol/L 氢氧化钠液萃取醚层至无黄色,碱液以盐酸调 pH 约至 5,再以氯仿萃取,回收氯仿至干,用甲醇定容成 10 mL,于 283 nm 处测定吸收度,并得出对应浓度,计算总黄酮含量。结果见表 1。

4 干固物含量测定

将上述不同提取工艺制备的药液各 100 mL,均取 3 份,置水浴上浓缩至相对体积质量 1.29~

1.31,置烘箱中恒重,精密称重,计算干固物含量。结果见表 2。

表 1 不同提取工艺总黄酮的含量

样 品	总黄酮含量(%)			
	1	2	3	C
温浸液	0.053	0.048	0.051	0.051
煎提液	0.065	0.068	0.063	0.065
醇提液	0.102	0.106	0.099	0.102

表 2 不同提取工艺的干固物含量

样 品	干膏收率(%)			
	1	2	3	$\bar{x}$
温浸液	26	27	25	25
煎提液	56	57	56	56
醇提液	50	51	52	51

5 结果与讨论

5.1 总黄酮含量比较:麦冬温浸法、煎提法与醇提法总黄酮含量分别为 0.051%、0.065%和 0.102%,醇提法总黄酮含量最高,分别比温浸法与煎提法增加 100%与 57%。

5.2 干固物含量:麦冬温浸法、煎提法与醇提法干固物含量分别为 25%、56%和 51%,温浸法比煎提法与醇提法减少 55%与 51%。

5.3 较为理想提取工艺:以麦冬总黄酮含量高及制剂运用中服用量小为原则。麦冬较理想提取工艺为醇提法,该法既使麦冬总黄酮含量达到最大,又可在制剂中达到较小服用量的目的。

参 考 文 献

1 中华人民共和国药典·一部.广州:广东科技出版社,1995:131
2 黄泰康主编.常用中药成分与药理手册.北京:中国医药科技出版社,1994,4:928
3 余伯阳,等.中药通报,1987,12(4):8

(1998-07-17 收稿)

消肿散瘀膏提取方法的研究

天津医院(300211) 房德敏 唐淑萍 高玉珍 郑 榕 吕 鹏 张 英

消肿散瘀膏由大黄、当归、红花等中药组成,具有消肿、止痛、散瘀、活血作用,主治跌打损伤、肌肉红肿疼痛。原方为散剂,使用时需现调配,且残余药品常吸附于皮肤上不易清除,因此我们在保持原方有效成分基本不变的前提下,将其研制成软膏剂型,

便于临床应用。笔者就处方中生药的提取方法进行研究,依据正交试验以处方中有效成分游离蒽醌的含量为指标,找出最佳的提取工艺。

1 仪器与试药

760 CRT 型双光束分光光度计,T250 型中药提

取罐,1,8-二羟基蒽醌(中国药品生物制品检定所);所用试剂均为分析纯;所用药材购自市饮片厂。

2 方法与结果

2.1 对溶媒量、乙醇浓度、提取时间优选;以上3项按三因素三水平用正交设计安排实验。见表1。

表1 L₉(3³)正交试验表

因素 试验号	酒精浓度 (%)	溶媒倍数	提取时间 (min)	游离蒽醌 含量(mg)
1	30	10	20 20 20	65.87
2	30	12	40 30 30	92.65
3	30	15	40 40 40	45.31
4	40	10	40 30 30	33.48
5	40	12	40 40 40	81.40
6	40	15	20 20 20	30.06
7	50	10	40 40 40	94.23
8	50	12	20 20 20	99.68
9	50	15	40 20 30	102.60
K ₁	203.85	193.58	195.61	
K ₂	114.94	273.73	228.73	
K ₃	296.51	177.93	220.94	
K ₁	67.94	64.53	65.20	
K ₂	48.31	91.24	76.24	
K ₃	98.84	59.32	73.65	
R	50.53	31.92	11.04	

按处方比例称取药材各100g共9份,均提取3次,方法为第一次加入溶媒总量的50%,浸泡24h后提取;第二次加入溶媒总量的30%;第三次加入总量的20%按实验设计提取。合并3次提取液,减压浓缩至相对体积质量1.2~1.3即可。

2.2 含量测定

2.2.1 测定波长的选择:取1,8-二羟基蒽醌适量,置100mL容量瓶中用乙醚溶解,在水浴上蒸去乙醚,加5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液至刻度,在沸水浴中加热4min,用水冷却至室温,30min后

于波长700~400nm进行扫描,于522nm处有最大吸收。

2.2.2 标准曲线的制备:取10mg1,8-二羟基蒽醌,精密称定,置100mL容量瓶中用乙醚溶解并稀释至刻度。取0.5、1、2、3、4、5、6mL至25mL容量瓶中,在水浴上蒸去乙醚后按2.2.1项操作。回归方程 $C=20.237A-0.0341$, $r=0.9999$ 。

2.2.3 提取液的含量测定:取提取液各2g,精密称定,水浴蒸干,用氯仿60mL溶解,过滤。合并滤液放入分液漏斗中,以5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液提取3次,每次30mL。合并碱液,用20mL氯仿洗涤,氯仿弃去,碱液调至100mL,用垂溶漏斗过滤,滤液在沸水浴中加热4min,用冷水冷却至室温,30min后于522nm处比色测定,依据回归方程计算各份提取液中游离蒽醌的含量。见表1。

2.3 结果:以提取液中游离蒽醌的含量为指标,用直观分析法计算。L₉(3³)正交试验结果见表1。由表可见最佳提取工艺为:以50%乙醇为溶媒,溶媒用量为处方中生药总量的12倍,提取3次(40、20、30min)。对实验影响最大的因素为乙醇浓度,其次是加溶媒的倍数,最后是提取时间。

3 讨论

3.1 因处方中所提取的几种生药均溶于醇,且原散剂是以黄酒调成糊状后使用,故本实验设计以30%~50%的乙醇为提取溶媒。

3.2 中药复方制剂因药味多,每味药中所含成分又较复杂,因此很难建立较完善的质量控制标准。本文以制剂中1,8-二羟基蒽醌的含量为指标,找出最佳的提取工艺,方法简便,可靠。

(1998-08-14收稿)

HPLC 测定六味地黄丸(浓缩)中熊果酸的含量

连云港康缘制药有限责任公司(222001) 冯燕芹* 王振中 俞海荣

六味地黄丸(浓缩)收载于卫生部药品标准第十一册(1993年),标准中采用薄层扫描法对其中主药山茱萸有效成分熊果酸进行定量,但操作繁琐,重现

性差,我们采用HPLC-ELSD对制剂中熊果酸进行含量测定方法的研究。

1 实验方法与结果

* 冯燕芹,女,工程师,现任江苏连云港康缘制药有限责任公司研究所所长、连云港市中药工程中心主任。1990年毕业于南京中医药大学中药系。先后在《药物分析杂志》、《中成药》、《中国药科大学学报》等发表论文10余篇,其中有两篇分别被美国 and 英国《化学文摘》转载。曾获江苏省政府表彰,连云港市青年学科带头人,主持研制、开发的8个国家级新药,有的被列入国家星火和火炬计划。