

2.2.2 物理常数测定:经薄层层析及熔点测定,发现包合物(S)熔点固定、色谱斑点单一,由此表明该包合物成分单一,有较高的纯度。薄荷醇被 β -CD包合后,熔点增高十分明显($42.5^{\circ}\text{C}\rightarrow 286^{\circ}\text{C}$),说明包合物分子主客体间吸引力极强。

2.2.3 差热分析:图1表明,44.2 $^{\circ}\text{C}$ 为薄荷醇的熔点峰(a),164.4 $^{\circ}\text{C}$ 为它的迅速气化峰(81 $^{\circ}\text{C}$ 已开始部分气化),284.4 $^{\circ}\text{C}$ 为 β -CO $\cdot$ 薄荷醇包合物的熔融-气化峰(b)。两者相比,包合物的气化峰向高温区迁移了120 $^{\circ}\text{C}$ 。

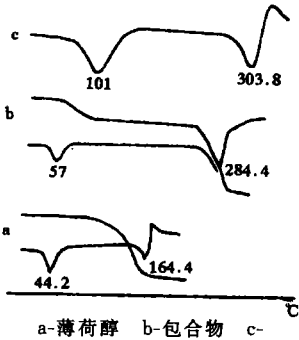


图1 包合物差热谱图

物理性质测试结果表明,包合物与游离态薄荷醇的熔点和气化温度差异悬殊,检出率低的原因是包合物薄荷醇在原有气化温度180 $^{\circ}\text{C}$ 时仅部分气化所致。

2.3 升高气化温度的影响:表3说明,升高气化温度客体的检出率确有提高,但在升高

气化温度的同时,也必须加大 N_2 的流速,否则检出率几乎为零。

表3 不同气化温度包合态薄荷醇的检出率

汽化温度/ $^{\circ}\text{C}$	测得含量/%	实验含量/%	检出率/%
180	0.30	1.00	30.00
200	0.38	1.00	38.00
220	0.46	1.00	46.00

2.4 包合物的拆分:包合物的形成既然是一种可逆性的物理变化,则选择适宜条件可将其拆分或解络,使客体分子完全呈游离状态。采用与1.2项下包合物制备相反的条件试图将 β -CD $\cdot$ 薄荷醇包合物拆分。经拆分处理后试样再进行薄层检验,结果见图2。拆分后的样品与标品色谱斑点一致。

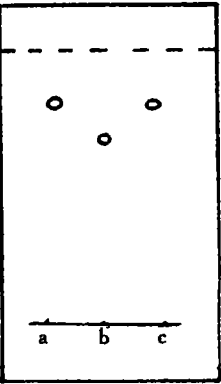


图2 β -CD $\cdot$ 薄荷醇 TLC 图

将拆分后的样品仍按1.3项下条件进行气相分析,结果 $L_{\text{包}}$ 与 $S_{\text{包}}$ 客体含量分别为0.99%和12.06%,检出率均接近100%。

参考文献

1 刘崇梯. 国外医学-药学分册. 1985,(3):192
2 尤防,等. 中成药,1995,17(8):1
3 张小茜,等. 中国中药杂志,1997,22(5):289
4 邹节明,等. 中草药,1997,28(6):343

(1998-05-29 收稿)

制剂中麦冬不同提取工艺的探讨

广州中药一厂(510130) 李惠霞 陈斌 陈创然

麦冬为百合科麦冬 *Ophiopogon japonicus* (L.f.)Ker-Gawl. 的干燥块根,具有养阴生津,润肺清心等功效^[1]。成药制剂中麦冬提取工艺常见有温浸、煎提、醇提等3种方法。麦冬含有麦冬皂苷、黄酮等成分,目前,常采用其总黄酮含量作为麦冬药材质量指标^[2]。我们根据麦冬所含黄酮类化合物在波长280~290 nm有最大吸收峰,由于橙皮苷也有

近似的最大吸收波长,故选用橙皮苷作为麦冬总黄酮含量测定的对照品,对麦冬不同工艺提取物进行总黄酮含量测定^[3],结合不同工艺的干固物含量,进行麦冬提取工艺探讨。

1 仪器与试剂

仪器:岛津2201紫外分光光度计。对照品:橙皮苷由中国药品生物制品检定所提供。药材:麦冬购于

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,又可使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