

胡椒碱对照品、辐照前后胡椒中的胡椒碱保留时间相同(均为 4.22 min);光谱图(图 2 3 4)显示胡椒碱对照品、辐照前后胡椒中的胡椒碱的峰形相同。说明胡椒可在 10 KGy 以下的吸收剂量辐射灭菌。

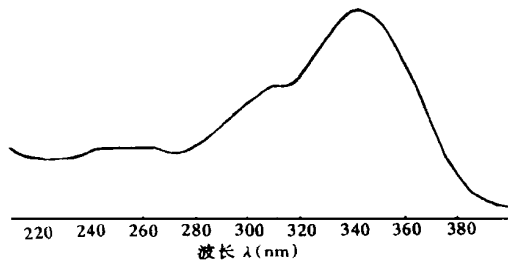


图 3 辐照前胡椒中胡椒碱光谱图

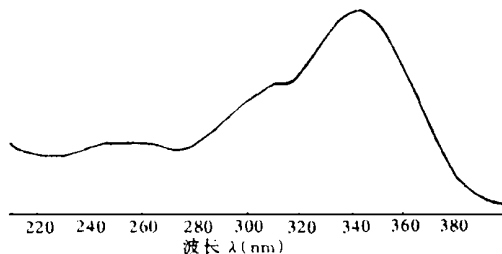


图 4 辐照后胡椒中胡椒碱光谱图

响的研究报告,本实验为胡椒及其制剂⁶⁰钴 γ 射线辐照灭菌的应用提供了实验依据

4.2 本文考查⁶⁰钴 γ 射线辐照对胡椒中胡椒碱含量的影响,对色谱图的保留时间和光谱图的峰形进行了比较,从而使结论更为可靠

(1999-09-20收稿)

4 讨论

4.1 目前未见有关⁶⁰钴 γ 射线辐照对胡椒成分影

3种不同加工川贝母有效成分的比较

中山医科大学附属第一医院药学部(广州 510080) 邝翠仪* 钟诗龙 黎曙霞 任 斌

摘 要 目的:通过对 3 种不同加工川贝母有效成分分析比较,为优化川贝母加工工艺提供理论依据。方法:提取不同加工方法处理的川贝母总皂苷和总生物碱并测定其含量。结果:测得传统加工法、水洗法、打硫法处理后川贝母的总苷含量分别为 0.887%、0.949%、0.486%,总生物碱含量分别为 0.082%、0.098%、0.095%。结论:单因素方差分析的两两比较显示水洗加工方法为优。

关键词 川贝母 加工 有效成分 含量测定

川贝母 *Tendrilleaf fritillary Bulb* 是临床常用中药,目前加工工艺主要有 3 种方法。本实验通过对 3 种不同加工工艺处理后的川贝母有效成分生物碱、甾体皂苷等进行比较,为优化川贝母加工工艺提供理论依据

1 实验部分

1.1 ①传统加工法:夏季挖取鳞茎,去净泥土,晒至半干后撞去外表粗皮,再复晒至足干;②水洗法:夏季挖取鳞茎,水洗去泥土,晒至足干;③打硫法:夏季挖取鳞茎,去净泥土,装入网袋置于熏炉中,用硫磺熏后晒干。

1.2 仪器及材料:岛津 UV-1601PC 紫外分光光度计,定量滤纸;3 种方法加工贝母。贝母样品均采自四川阿坝,实验时除去杂质,粉碎,置 60℃ 真空干燥箱内烘烤 5 h,置干燥器中备用。贝母素甲(peimine)对照品(中国药品生物制品检定所)。其他试剂均为分析纯。

1.3 总生物碱的提取:精密称取各贝母样品粉末 2.0 g,以 40 mL 0.5% 盐酸乙醇为溶剂,95℃ 回流 1.5 h 冷却后过滤,滤渣用 0.5% 盐酸乙醇洗涤,过滤,滤液合并,水浴挥干溶剂,分次用氯仿溶解,过滤,滤液置于 50 mL 容量瓶中,用氯仿定容。

提取终点的确定:滤渣用 0.5% 盐酸乙醇洗涤过滤后,以 0.5% 盐酸乙醇回流 0.5 h,取提取液约 0.5 mL,置小试管中,加 0.1 mol/L 盐酸 1 mL,放水浴上将有有机溶剂蒸去,放冷,滴加改良的 Drangendorff 试剂 1 滴,没有发生混浊,说明提取完全。

1.4 标准曲线的制备:精密称取贝母素甲对照品 2.89 mg 于 50 mL 量瓶中,氯仿溶解,定容至刻度。准确吸取 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL 于 25 mL 量瓶中,加入 2.0 mL pH 5.0 缓冲溶液及 2.0 mL 0.001 mol/L 溴麝香草酚蓝溶液,摇匀,再加氯仿至刻度,震荡 15 min,移至分液漏斗中,分离下层液作

* Address Kuang Cuiyi, Department of Pharmacy, Affiliated first Hospital, Sun Yat-sen University of Medical Sciences, Guangzhou

测试液。以 0 管为空白,先以对照品测试液于分光光度计 300~ 600 nm 进行扫描, $\lambda_{\max}$ 为 410 nm,然后在该波长处分别测定吸光度。在本实验条件下,贝母素甲在 2.368~ 11.84 μ g/mL 范围内线性关系良好,回归方程为: $A = 0.0412C - 0.0155$ ($r = 0.9995$)。

1.5 加样回收率及精密度测定:精密量取已知含量的样品液 9 份,分为 3 组,分别加入贝母素甲对照品溶液依标准曲线项下操作测定吸光度。结果平均回收率为 97.7%, $RSD = 4.2\%$ 。

1.6 样品测定:精密吸取样品溶液一定量,依标准曲线项下操作测定吸光度

1.6.1 总皂苷的含量测定:精密称取各贝母样品粉末约 5 g,置索氏提取器中加入 150 mL 甲醇回流 6 h,提取液浓缩至约 50 mL,冷却后加入 150 mL 乙醚混匀,冰箱放置过夜,倾出上清液,沉淀用 10 mL 乙醚洗涤,沉淀加热溶解于 50 mL 甲醇中,用玻砂漏斗过滤,冷后再加 150 mL 乙醚,混匀,置冰箱内过夜,倾出上清液,再用乙醚洗涤沉淀 2 次,然后转

移至表面皿,60℃ 真空干燥,得总皂苷。

2 结果

3 种样品的总生物碱(按贝母素甲计)和总皂苷的测定结果见表 1

表 1 3 种样品的总皂苷和总生物碱含量

种类	总皂苷 ($n = 6$)		总生物碱 ($n = 6$)	
	含量 (%)	RSD (%)	含量 (%)	RSD (%)
传统加工法	0.887	12.40	0.082	1.28
水洗法	0.949	8.82	0.098	3.56
打硫法	0.468	14.33	0.095	1.70

由单因素方差分析的两两比较,传统加工法与水洗法处理后的样品含总皂苷无显著性差异 ($P > 0.05$),均显著高于打硫法处理后的总皂苷含量。而水洗法与打硫法处理后的样品含生物碱无显著性差异 ($P > 0.05$),均显著高于传统加工法处理后的总生物碱含量。可见水洗法处理后贝母含总皂苷和总生物碱较高,色泽洁白,外观好,加工方法也较简便,此法为优。传统加工法损失生物碱较多,打硫法损失总皂苷较多,因此可根据所需成分选择加工方法

(2000-01-26 收稿)

肾炎康复片薄膜包衣生产工艺的研究

天津同仁堂制药厂 (300132) 刘建君* 周乐华 李永仓 白美芬

肾炎康复片是根据中医理论研制而成的纯中药制剂,主要由山药、丹参、白花蛇舌草、生地黄等药味组成,功能为益气养阴、补肾健脾、清热解毒,用于治疗慢性肾小球肾炎,神疲乏力、腰酸腿软、面浮肢肿、头晕耳鸣、蛋白尿、血尿等症及糖尿病性、妊娠性肾病的治疗^[1]。

为了适合糖尿病肾病、高血压肾病及肥胖病患者不宜摄取过多糖的需要,克服糖衣片容易吸潮、花片、裂片、崩解缓慢等缺点;报道薄膜包衣在抗湿、抗热、抗磨、崩解、药物释放及外观均优于糖衣片^[2,3],因此,我们对肾炎康复片糖衣生产工艺进行了改进,采用欧巴代薄膜包衣材料,研制出肾炎康复片薄膜衣片,并对其进行了稳定性试验,其结果符合规定要求。

1 实验仪器

HZP-28 型高速压片机; PC1500 型 Glatt 高效包衣机; WS 型调温调湿箱

2 实验过程

2.1 新工艺:① 取一定量的去离子水或 60%~ 80% 乙醇置搅拌罐内,启动搅拌器,待整个液面形成漩涡后,以均匀的速度加入一定量的欧巴代干粉,持续搅拌 45 min(必要时进行过滤),备用。② 首先温罐,然后取一定量的基片置高效包衣罐内,待片床温度升至 38℃~ 40℃ 时,开启喷枪,连续喷液(上述制备好的包衣滤液),并使压缩机压力保持在 0.4 MPa 左右,喷液流速为 750~ 1500 g/min,罐内热风温度保持在 70℃~ 80℃,直至将定量溶液全部喷完为止(全过程一般在 4 h 左右)。

2.2 原生产工艺:基片置包衣罐内,按顺序和规定时间、次数上好隔离层、粉层、糖层、有色糖层、蜡层(全过程一般在 12~ 16 h 左右)。

3 初步稳定性试验方法及结果

取已包装的肾炎康复薄膜衣片和糖衣片,每批 3 瓶,共 3 批,置于调温调湿箱中,在温度 37℃~ 40

* 刘建君 主管中药师,天津同仁堂制药厂技术科工作,负责工艺技术管理工作。