

朱砂炮制方法的改进

沧州市药检所(061001) 赵金英 田永庆 吕玉凤
沧州市饮片厂 刘梅英
沧州市医药站 王玉田

朱砂的加工炮制,传统上均采用水飞法,操作费时麻烦,原料损失大,收率偏低,我们改用球磨法制备,简化了操作程序,提高了收率,所得样品符合中国药典(90版)要求,方法如下。

1 材料

纯洁朱砂(购进),批号 910301、910502、910715,按药典的标准测得含量分别为:98.0%、98.4%和98.2%。

2 方法与结果

2.1 水飞法:取朱砂 1kg,加适量水研细,再加多量水搅拌,倾去上清液,下沉部分,再接上法反复操作 3 次,除去杂质,合并混悬液静置 24h 后分取沉淀,在鼓风恒温干燥箱内 105℃干燥 8h,而后研散入药用成品。见表 1。

2.2 球磨法:将与水飞法同批号的朱砂装入球磨机滚筒内后密盖,开机研磨,至成粉后约需 5h。见表 2。

2.3 质量比较:按照中国药典 90 版一部朱砂含量测定方法检验,水飞法平均含量为 99.5%,球磨法为 99.4%。药典规定含硫化汞不得少于 96.0%,两

种方法所得样品含量均符合药典规定,水飞法虽然比球磨法含量高约 1%,但球磨法比水飞法收率高约 11.8%且省时省电操作简单,从药品质量及经济效益综合衡量,采用球磨法代替水飞法炮制朱砂值得研究应用。

表 1 水飞法产成品数据(n=3)

批号	投料(g)	收率(%)	含量(%)	用时(h)	耗电(KW)
910301	1000	88.4	99.1	32	8
910502	1000	87.9	99.7	32	8
910715	1000	84.5	99.6	32	8

表 2 球磨法产成品数据(n=3)

批号	投料(g)	收率(%)	含量(%)	用时(h)	耗电(KW)
910301	1000	98.6	99.5	5	4.4
910502	1000	98.8	99.1	5	4.4
910715	1000	98.6	99.5	5	4.4

(1995-08-07 收稿)

薄层扫描法测定镇痛宁注射液中乌头碱的含量

长春中医学院中药系(130021)
解放军 272 医院药械科

李焕荣 张荣华 崔健
庞端芳

镇痛宁注射液是由制川乌、盐酸异丙嗪等中西药合用的复方制剂,具有活血化瘀、止痛作用。90 年版中国药典采用酸碱中和法测定乌头碱含量,因本方中的异丙嗪具有碱性,有影响,而且需用乌头碱对照品量大,操作复杂,故采用薄层扫描法对乌头碱的含量进行了研究。

1 仪器与试剂

日本岛津 CS-930 薄层扫描仪,定量毛细管(美国 Drummond 厂),高效硅胶薄层板(青岛海洋化工

厂);镇痛宁注射液(吉林省人民制药厂);乌头碱对照品(中国药品生物制品检定所)。

2 薄层层析

高效硅胶 G 板,于 105℃活化 1h 后置干燥器内备用。展开剂:氯仿-醋酸乙酯-氨水(15:20:1),展距 10cm。显色剂:碘化铋钾试液,喷湿润后,上覆盖一块同样大小的玻璃板,四周用胶布封好。

薄层扫描条件:采用反射锯齿扫描法, $\lambda_s = 520\text{nm}$, $\lambda_R = 650\text{nm}$, $S_x = 3$,狭缝 1.2×1.2mm。

3 标准曲线的绘制

取乌头碱对照品用无水乙醇溶解制成 1mg/ml 对照品溶液。分别吸取乌头碱对照品溶液 1、2、3、4、5 μ l, 点于硅胶 G 薄层板上, 按实验条件展开, 显色, 扫描测定。以面积积分值对乌头碱浓度绘制标准曲线。回归方程: $Y = 37917.3X - 2997.2, r = 0.999$, 样品浓度在 0~5 μ g 范围内呈现良好线性关系。

4 稳定性实验

取乌头碱对照品溶液 2 μ l 点样, 展开后每隔 20min 扫描一次, 结果在 2h 内稳定, $CV = 1.10\%$ ($n = 6$)。

5 精密度实验

同一板上点同一样品, 相同点样量, 结果 $CV = 1.78\%$ ($n = 5$), 精密度尚好。

同一展开后的样品, 连续 5 次扫描测定, 结果 $CV = 0.98\%$, 说明重现性好。

6 样品测定

精密吸取本品 30ml, 置分液漏斗中, 用氨试液调 pH 值为 11, 用氯仿提取 5 次, 每次 30ml, 合并提取液, 滤过, 回收氯仿, 残渣用无水乙醇溶解, 定容于 5ml 容量瓶中, 作为供试品溶液。在薄层板上点供试

品溶液, 展开, 显色, 扫描测定, 结果见表。

(上接第 10 页)

致谢: 佟静, 李建北两位同志参加了部分工作; 宋万志教授负责品种鉴定; 本所仪器室, 中国医学科学院生物技术研究所以仪器室代测各种光谱。

参考文献

- 1 中国医学科学院药物研究所, 等. 中药志(I). 北京: 人民卫生出版社, 1979, 521
- 2 余亚纲, 等. 药学学报, 1983, 18(12): 969
- 3 Yamaki M, et al. *Planta Med*, 1990, 56: 335
- 4 Woo W S, et al. *Phytochemistry*, 1993, 33(4), 939

品液 4 μ l, 对照品液 2 μ l、4 μ l 展开, 显色, 扫描测定, 结果见表。

表 样品中乌头碱含量测定结果

批号	含量 mg/2ml(支)	RSD%(n=3)
930212	0.36	1.18
930215	0.32	3.77
930217	0.37	2.57

7 加样回收实验

精密吸取已知含量的样品 30ml 准确加入一定量的乌头碱对照品, 按样品测定法提取、分离测定、计算结果, 平均回收率为 97.85%。 $CV = 1.98\%$ ($n = 6$)。

8 结果

8.1 本法测定镇痛宁注射液中乌头碱含量, 结果稳定, 重现性较好, 操作方便, 准确, 适合于复方制剂中乌头碱的含量测定。

8.2 采用本方法同时测定了制川乌药材中乌头碱的含量, 发现含量变化较大, 因此为保证制剂的质量, 药材必须符合药典的规定。

(1995-05-10 收稿)

- 5 Abe F, et al. *Phytochemistry*, 1991, 30(10): 3379
- 6 胡晓兰, 等. 中药通报, 1982, 7(1): 29
- 7 李应勤, 等. 药学学报, 1986, 21(11): 836
- 8 Naokata M, et al. *Chem Pharm Bull*, 1973, 21(3): 600
- 9 Sadtler research laboratories Inc. The sadtler standard spectra, standard NMR spectra No. 13660; standard infrared grating spectra No. 21412
- 10 Sadtler research laboratories Inc. The sadtler standard spectra, standard infrared grating spectra No. 16404
- 11 Tobe H, et al. *Antibiotics*, 1976, 29: 623

(1994-12-06 收稿)

Studies on Chemical Constituents of the Roots of Blackberrylily

(*Belamcanda chinensis*)

Zhou Lixin, Lin Mao and He Lanfeng

Nine known compounds were isolated from the chloroform soluble fraction of ethanolic extract of *Belamcanda chinensis*(L.)DC.. Their structures were identified as irigenin(I), dichotomitin(II), irisfloreantin(III), 3-stigmastanol(IV), apocynin(V), tectoridenin(VI), β -sitosterol(VII), 3', 4', 5, 7-tetrahydroxy-8-methoxyisoflavone(VIII) and polyoctapenten(X) by spectrosopic methods(UV, IR, EIMS, 1H NMR, ^{13}C NMR). Compounds I, IV, X and VIII were obtained for the first time from the plant.