

下,对样品的分散相粒度和外观进行了考察,结果见表3。

表3 杏仁油乳剂留样观察结果		
考察条件	分散相粒度(μm)	外观
新制	≤ 10	乳白色
室温放3个月	≤ 10	乳白色
60℃加热1h	≤ 10	乳白色
80℃加热1h	> 10	破乳
-10℃冻结3次	≤ 10	乳白色
离心3000r/min,3min	≤ 10	乳白色

80℃以上本品易破乳,因此在生产和贮藏时应避免高温。

4 小结

上述实验结果表明,本品在乳化时应选用S₁₅为主的复合型乳化剂,于高速组织捣碎机内,以10000~12000r/min搅拌3min,反复进行3次;并控制乳化温度在40~60℃,杏仁油乳剂的质量较好。经室温初步稳定性考察和离心加速试验,该工艺是可行的。

参考文献

1 中华人民共和国药典.一部.1990.176
2 王裕生,等.中药药理与应用.北京人民卫生出版社,1983.644
3 江苏新医学院编.中药大辞典.上册.上海科学技术出版社,1985.1101

(1995-04-04 收稿)

Studies on the Manufacturing Process of Apricot Kernel Oil Emulsion

Ma Ling and Gu Jiahua

Conditions for the preparation of apricot kernel oil emulsion were studied. The experimental results showed that with the use of S₁₅ Emulphor as the main emulsifier, at a temperature of 40~60℃, and agitated for three times at a speed of 1000~1200r/min, the resulted oil in water apricot kernel oil emulsion had a satisfactory stability, with disperse phase particle size of $\leq 10\mu\text{m}$ and easily absorbable by human body.

大承气冲剂质量控制方法的研究

天津中医学院(300193) 朱晓薇*
天津中西医结合急腹症研究所 伍孝先 刘俊红 王 蓓

摘 要 将大承气汤改为冲剂。为保证质量,对大黄、厚朴、枳实进行了薄层鉴别,对芒硝进行了离子鉴别,对主药大黄进行了蒽醌类物质含量测定。
关键词 大承气冲剂 大黄 蒽醌类 质量控制

大承气冲剂为大承气汤的改进剂型,由大黄、厚朴、枳实、芒硝组成。临床上用于阳明腑实症及术前清肠。为保证制剂质量,我们对大黄、厚朴、枳实进行了薄层层析鉴别,对芒硝进行离子鉴别,并对主药大黄进行蒽醌类物质的含量测定。方法简便可靠,可作为制剂的质量控制方法。

1 实验材料及仪器

大承气冲剂及大黄对照药材由天津南开医院制剂室提供,厚朴酚、和厚朴酚、辛弗林对照品购自中国药品生物制品检定所,1,8-二羟基蒽醌:市售,薄层色谱板:自制硅胶G或硅胶GF₂₅₄板(青岛海洋化工厂)105℃烘1h,置干燥器内备用。其它试剂均为分析纯。

* Address: Zhu Xiaowei, Tianjin College of Traditional Chinese Medicine, TianJin

2 定性鉴别

2.1 大黄的鉴别:称取大承气冲剂 2.5g,加甲醇 5ml,放置 12h,过滤,滤液为样品液(1)。取自制空白冲剂(不含大黄)如上法制得空白液。取对照药材大黄粉末 0.5g 加甲醇 5ml,放置 12h,过滤,滤液为阳性对照液。取样品液、空白对照液、阳性对照液各 10 μ l,分别点于同一硅胶 G 板,以正己烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水(3:1:2:0.1:2)上层液展开。取出晾干。可见光下检视,供试液与阳性对照液相应位置上显示 5 个相同的黄色斑点。见图 A。

2.2 厚朴的鉴别:称取缺厚朴空白冲剂 5g,同大黄法制得空白液。厚朴酚、和厚朴酚对照品加乙醇制成每毫升各含 1mg 的混合液,作为标准对照液。吸取样品液(1)、空白对照液各 20 μ l,标准对照液 5 μ l,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄板,以氯仿-苯-乙酸乙酯(5:4:1)展开剂展开。取出晾干,紫外灯下检视,样品液与和厚朴酚位置处显相同颜色的斑点。见图 B。

2.3 枳实的鉴别:称取缺枳实空白冲剂 2.5g,同大黄法制得空白液。辛弗林对照品加甲醇制成每毫升含 3 毫克的溶液,作为标准对照液。取样品液(1)、空白对照液、标准对照液各 10 μ l,分别点于同一硅胶 G 板,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨水(45:35:10)为展开剂展开。取出,晾干,以 0.5%茚三酮乙醇液喷雾显色,105℃加热 10min。可见光下检视,样品液、辛弗林阳性对照液位置上显示紫红色斑点。见图 C。

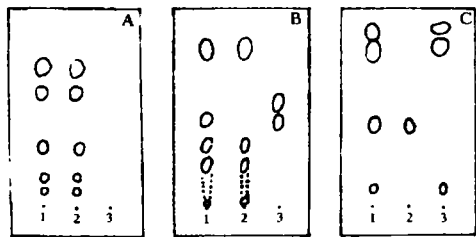


图 层析图

- | | | |
|---------|------------|---------|
| 1-大承气冲剂 | 1-大承气冲剂 | 1-大承气冲剂 |
| 2-大黄药材 | 2-厚朴空白 | 2-辛弗林 |
| 3-大黄空白 | 3-厚朴酚、和厚朴酚 | 3-枳实空白 |
- 280 •

2.4 芒硝的鉴别:称取大承气冲剂 2g,研细,置坩锅中灼烧至完全炭化,放冷,加水 5ml 溶解,过滤,得样品液(2)。

钠离子的检测:取样品液(2)2ml,加稀盐酸调至中性,加醋酸铀铈试液 1ml,即发生黄色沉淀。

硫酸根离子的检测:取供试液 2ml,加 BaCl₂ 试液 1 滴,即产生白色沉淀,分离,此沉淀在盐酸中不溶。

3 蒽醌类物质的含量测定

大黄是大承气冲剂的主药,本实验用醋酸镁比色法测定^[1,2],其中的蒽醌类物质,以总蒽醌作为含量控制指标。

3.1 标准曲线的制备:将 1,8-二羟基蒽醌制成含量为 0.1mg/ml 的乙醚液,作为标准液,精密吸取标准液 0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.4ml,分别置于 10ml 容量瓶中,蒸去乙醚,加 0.5 醋酸镁甲醇液溶解,定容。以 0.5%醋酸镁甲醇溶液为空白,用 721 分光光度计在 498nm 处分别测定吸收值,结果浓度与吸收值之间呈现线性。回归方程 $Y = 0.0425X + 0.0146$,相关系数 $r = 0.9998$,浓度范围为 4~14 μ g/ml。

3.2 样品的测定:样品液的制备:精密称取研细的大承气冲剂适量(约相当于大黄 10mg),置具塞三角烧瓶中,精密加入甲醇 20ml,称重(精确至 0.01)。室温放置 12h,并不时振摇。补足损失的甲醇量,干燥滤纸过滤,弃去初滤液 5ml,续滤液备用。

总蒽醌的测定:精密吸取续滤液适量,置 20ml 具塞试管中,挥干甲醇,加水 1.5ml,40%FeCl₃ 0.5ml,置沸水浴加热 20min,加 HCl 0.2ml,沸水浴加热 30min,立即冷却,加乙醚多次萃取至醚层无色。合并醚液,水洗醚液至中性,置 10ml 容量瓶中,挥干乙醚,残渣中加 0.5%醋酸镁甲醇液溶解,定容。于 498nm 处测定吸收值,根据回归方程计算总蒽醌的含量。

游离蒽醌的测定:精密吸取续滤液适量,加水 2ml,以乙醚多次萃取至无色,合并醚

液,挥干。残渣中加 0.5%醋酸镁溶液。以下操作同总蒽醌的测定,结果见表。

回收率测定:精密称取大承气冲剂适量,加入一定量的 1,8-二羟基蒽醌,按“总蒽醌

测定”法操作,由测得的总蒽醌量计算回收率,结果平均回收率为 96.3%(n=5),CV=2.8%。

表 大承气冲剂蒽醌类物质测定结果

批 号		950500							950900						
编号	1	2	3	4	5	平均值 %	CV %		1	2	3	4	平均值 %	CV %	
总蒽醌%	0.093	0.926	0.944	0.958	0.942	0.934	2.2		1.049	1.037	1.102	1.076	1.066	2.7	
游离蒽醌%	0.638	0.638	0.652	0.697	0.697	0.664	4.7		0.919	0.904	0.970	0.944	0.934	3.1	
结合蒽醌%	0.265	0.288	0.292	0.271	0.245	0.272			0.130	0.133	0.132	0.132	0.132		

4 讨论

4.1 在薄层鉴别实验中,样品及空白对照均采用平行试验,结果表明各检出成分不受大承气冲剂中其它成分的干扰,专属性较强。

4.2 对大黄空白冲剂按实验法进行测定,空白吸收值为 0.011,说明其它 3 味药对大黄蒽醌类物质干扰较小。

4.3 大承气冲剂用于临床,主要作用是泻下及调节机体微生物内环境。大黄中的游离蒽醌和结合蒽醌都起一定作用。质量控制可以总蒽醌为指标。如何在提高总蒽醌含量的同

时,也提高结合蒽醌的含量,仍是有待解决的问题。

4.4 在目前工艺中,厚朴的薄层鉴别仅鉴别出和厚朴酚。厚朴酚是现工艺成分提取不完全还是其它环节有损失,有待于进一步探讨,加以改进。

参 考 文 献

1 姚桂根,等.中草药,1983,14(6):15
2 何丽一,等.药学报,1980,15(9):555
(1995-12-28 收稿)

首乌润肠通便口服液的研究

湖北中医学院(武汉 430061) 沈雪梅* 史克莉 邱明义
武汉军工医院 童 欢

摘 要 用絮凝沉降法代替水煎醇沉法制得了含药量高、澄明度稳定且药效理想的口服液,并对其蒽醌类成分做了定性与定量分析。

关键词 何首乌 蒽醌 大黄素 口服液 絮凝沉降

首乌润肠通便口服液是以何首乌为主的复方中药制剂,通过滋阴润燥达到通便的目的,尤其适合老年人的需要。该方的汤剂经临床长期使用,效果甚好,作用缓和而持久,因此,将其改制成口服液是很有必要的。

1 仪器与试剂

751G 可见-紫外分光光度计,大黄素、1,8-二羟基蒽醌(中国药品生物制品检定所),硅胶 G(青岛海洋化工厂),其它试剂均为分析纯。

* Address: Shen Xuemei, Hubei College of Traditional Chinese Medicine, Wuhan