

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

950500								950900							
批 号															
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

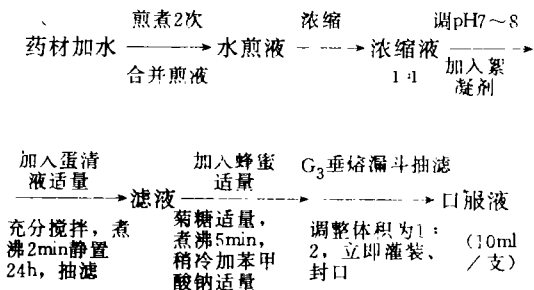
首乌润肠通便口服液是以何首乌为主的复方中药制剂,通过滋阴润燥达到通便的目的,尤其适合老年人的需要。该方的汤剂经临床长期使用,效果甚好,作用缓和而持久,因此,将其改制成口服液是很有必要的。

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

2 口服液的制备



本品为棕红色澄明液体, 味甜微苦, pH值5.5, 相对密度1.05, 每1ml相当于原药材2g。

3 口服液中大黄的薄层鉴别^[1]

标准对照液制备: 取大黄素标准品适量, 用甲醇溶解, 制成标准对照液。

供试液制备: 取口服液5ml, 加硫酸液(2.5mol/L)30ml, 回流3h, 冷却后分3次加入氯仿, 用量分别为30、20、10ml, 每次回流1h, 稍冷后分出氯仿液。合并氯仿提取液, 减压回收氯仿, 残渣用10ml甲醇溶解, 过滤, 制成供试液。

药材对照液制备: 取何首乌适量, 按口服液制备方法和供试液提取方法, 制成首乌药材对照液。

空白对照液制备: 将首乌一味药删除, 其余药材均按处方量称取, 并按口服液工艺制备和供试液的提取方法提取, 制成空白对照液。

薄层板: 硅胶G薄层板, 厚度为0.5mm。

展开剂: 石油醚(60~90℃)-正己烷-醋酸乙酯-甲酸(1:3:1.5:0.1)的混合液112ml加水1ml的上层液为展开剂。

展开方式: 将标准对照液、供试液、药材对照液、空白对照液分别点于薄层板上, 待甲醇挥干, 置层析槽中饱和10min, 再展开15cm。供试液和标准对照液及药材对照液在相同位置显示黄色斑点, R_f 值约为0.46, 而空白对照液无此斑点。结果如图所示。

4 口服液中蒽醌的含量测定^[2]

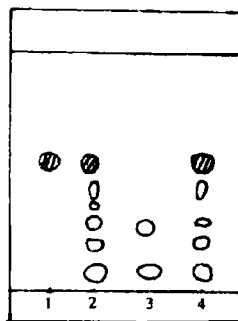


图 薄层色谱图

- 1-大黄素标准品
- 2-供试品
- 3-空白对照液
- 4-药材对照液

4.1 标准曲线的绘制: 精密称取干燥至恒重的1,8-二羟基蒽醌3.2mg于10ml容量瓶中, 用乙醚溶解并稀释至刻度。精密吸取0.32mg/ml的1,8-二羟基蒽醌溶液0.1、0.2、0.3、0.4、0.5ml, 分别置于10ml容量瓶中, 水浴上低温挥尽乙醚, 加5%NaOH-2%NH₄OH(1:1)(下称混合碱液)至刻度, 摇匀。

放置15min, 以混合碱液为空白。在518nm波长处测定吸收度, 以吸收度对浓度绘制标准曲线, 结果显示取量在32~160μg范围内, 线性关系良好, 经回归得到曲线方程: $Y=0.0146+20.5X$, $r=0.9998$ 。

4.2 样品的含量测定: 精密吸取口服液5ml, 置圆底烧瓶中, 加2.5mol/L硫酸30ml, 回流3h, 稍冷后加入30ml氯仿, 回流1h, 稍冷分离出氯仿液, 再加氯仿20ml回流1h。如此每隔1h就换入新的氯仿10ml, 直至蒽醌提尽(溶液无色为止)。合并氯仿液, 用少量蒸馏水洗涤氯仿液, 将氯仿提取液移入分液漏斗, 用混合碱液分次提取至无色, 合并碱液, 用少量氯仿洗涤, 碱液浓缩约100ml, 置100ml容量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 摇匀。精密吸取5ml, 置100ml容量瓶中, 用混合碱稀释至刻度, 摇匀, 在沸水浴上加热4min, 室温放置30min后, 照分光光度法, 以混合碱为空白, 在518nm波长处测吸收度。结果见表。

表 样品中蒽醌含量测定结果

序号	取样(ml)	吸收度(A)	蒽醌含量(mg/ml)
1	5.00	0.022	0.146
2	5.00	0.023	0.165
3	5.00	0.024	0.185
平均值			0.165

4.3 加样回收试验: 精密吸取样品液5ml, 精密加入3ml 1.5mg/ml 1,8-二羟基蒽醌甲

醇液,按含量测定方法操作。结果平均回收率为 98.4%, $CV=0.019$ 。

4.4 稳定性实验:将供试液在室温及空气中放置,每隔 20min 测定其吸收度,结果表明,在 2h 内吸收度稳定性良好。

5 结果与讨论

5.1 该口服液经临床 100 多例使用观察,结果表明,与其汤剂有相同的疗效;与大黄通便口服液、麻仁丸相比,不仅疗效确切,且缓和而持久,服用也很方便,深受患者(尤其是老年习惯性便秘患者)的欢迎。另外,该口服液含糖量较低,仅 10%左右,扩大了其适用范围。

5.2 在设计该口服液工艺时,还同时采用了水提醇沉的工艺,我们将二种工艺制备的口服液进行了定性与定量分析及澄明度比较,结果表明:二种口服液的薄层鉴别特征是一致的,证明所含成分的各类基本上是一致的;但二者蒽醌的含量有较大差别,絮凝沉降法

制得的口服液含蒽醌量是醇沉法的 3 倍,且澄明度也占明显优势,室温放置 10 个月,大部分仍保持澄明,少数仅有少量细小沉淀。而醇沉法制得的口服液放置 5 个月则出现了大量的絮状物。说明选用絮凝沉降法制备工艺是合理的^[3]。

5.3 实验表明,大黄素的定性方法简便、斑点清晰、重现性好,可作为该口服液的定性指标之一。本实验采用回流提取法与紫外分光光度法测定蒽醌含量,方法可靠,回收率为 98.4%。

致谢:本实验所用絮凝剂为浙江中医学院施顺清、方剑方二位教师提供,在此一并表示感谢。

参考文献

- 1 王溶溶,等.现代应用药学,1992,9(3):142
- 2 方秋晴,等.中国医院药学杂志,1989,9(11):556
- 3 施顺清,等.中国中医药学会首届学术研讨会论文集.1994

(1995-09-13 收稿)



《中药研究文献摘要》(第 5 卷)出版

继刘寿山先生主编的《中药研究文献摘要》(1~4 卷)后的第 5 卷(主编:刘嘉森;副主编:戴兰馥、顾关云、郑汉臣、王惠康、李晓玉、刘笃宽)现已由中国医药科技出版社出版。该书为获全国科学大会奖的大型连续出版物。

第 5 卷收载 1985~1987 年间国内外刊物上发表有关 556 种中药 5000 余篇研究论文的摘要,全面反映这一时期中药研究的成果和进展。各药项下按生药(含植物、栽培、饲养)、化学(含炮制、分析、制剂)、药理、临床(含中毒)内容编排。文献摘自或译自中、英、日、俄、德文期刊。资料来源广、信息量大、查阅方便,是从事中药、民间药研究、教学、临床、生产和药政人员的重要工具书。

该卷共 160 万字,邮购每册 53 元(含邮费),一次订购 5 册以上九折优惠。欲购者请将书款邮汇至:上海市国和路 325 号第二军医大学药学院生药室李红方、郑水庆同志处。邮编:200433。请在汇款人附言栏中注明邮购册数,款到即发书和报销凭据。联系电话:(021)65347018-71526。

《中草药》杂志欢迎刊登广告

《中草药》杂志创刊于 1970 年,是由国家医药管理局主管,国家医药管理局中草药信息中心站主办的科学技术性期刊。国内外公开发行人,读者面广,发行量大,是医药院校师生、医务工作者、科研、生产、管理人员的良师益友。欢迎来人来函办理 1996 年药品、分析仪器、生产设备等广告,在本刊宣传会有显著的效果。

联系人:刘明升,黄永谦

电话:(022)7381320 转 72 号