

提取方法对抗病毒 I 号有效成分的影响

北京友谊医院药剂科(100050) 郝淑清*
中国药品生物制品检定所 曹铁军

摘要 设计了不同提取时间、不同组合以及合煎与分煎等制备方法,并以测定制剂中君药大黄中蒽醌的含量衡量方法优劣,确定合理的工艺。

关键词 病毒 I 号 提取方法 蒽醌 含量测定

抗病毒 I 号在我院儿科临床应用已十多年,本方有泻下攻积、滋阴降火、解毒散结之功效,用于肠道积滞、大便秘结、高热不退效果很好。但疗效不够稳定,为确保疗效,改进工艺方法,我们设计了不同提取时间,不同组合以及合煎与分煎等制备方法,并以测定制剂中君药大黄中蒽醌的含量为衡量制剂方法优劣的指标,最后确定一个合理的工艺流程。

1 仪器、药品及试剂

双波长薄层扫描仪(岛津 CS-910 型),高效薄层板:硅胶 H(青岛海洋化工厂),定量毛细管(Drummond Scico USA)。试剂均为分析纯。标准品为中国药品生物制品检定所提供;制剂由北京友谊医院制剂中心制备,大黄为市售品。

2 实验方法

2.1 制剂工艺方法:a)玄参 30g、甘草 20g、芒硝 30g、生地 30g 煮提 2 次,每次 1h;大黄 30g,浸泡 0.5h,再点提 2 次,每次 10min,合并滤液,总量为 170ml。

b)大黄与 4 味药同煮 2 次,每次 1h,煎液总量为 170ml。

c)大黄浸泡 1.0h,其它同 a 项。

d)大黄浸泡 2.0h,其它同 a 项。

e)取 a 液 70ml,加等量 95%乙醇沉淀,滤过,得滤液 100ml 备用。

f)取 b 液 60ml,加等量 95%乙醇沉淀,滤过,得滤液 80ml 备用。

g)生地 30g 煎煮 2 次,每次 1h;大黄 30g

浸泡 0.5h,煎 2 次,每次 15min,煎液总量为 100ml。

h)玄参 30g,大黄 30g,操作同 g。

i)甘草 20g,大黄 30g,操作同 g。

j)芒硝 30g,大黄 30g,操作同 g。

k)大黄 30g,浸泡 0.5h,煎煮 2 次,皆 1.0h,煎液总量为 100ml。

2 生药及制剂中蒽醌的分离及含量测定(何丽一,等.药学报,1980,15:555)

2.1 标准品溶液的配制:精密称取大黄酸、芦荟大黄素、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚等五种蒽醌甙之一定量溶于甲醇溶液(加入少量氯仿助溶),使浓度为 0.4~0.5 μ g/ml。

2.2 提取

2.2.1 总蒽醌的提取:生药的总蒽醌提取:精密称取大黄 100mg 于 50ml 具塞三角瓶中,加入 20ml 甲醇冷浸 12h,滤取甲醇备用。

精密吸取甲醇溶液 2ml 于 20ml 具塞试管中于水浴上蒸干甲醇,加 1.5ml 蒸馏水溶解残渣,加 40%三氯化铁溶液 0.5ml,于水浴中加热 20min 再加入浓盐酸 0.2ml,于沸水浴中加热水解,并不断振摇 30min 后立即用流水冷却,加乙醚 10ml,盖塞振摇 3min,精密量取 5ml 乙醚液于 10ml 具塞试管中于水浴蒸干,加 1ml 甲醇溶解残渣。

制剂的总蒽醌提取:精密量取 1.5ml 制剂溶液于 20ml 具塞试管中,按生药总蒽醌提取方法提取。

2.2.2 游离蒽醌的提取:生药的游离蒽醌提

* Address: Hao Shuqing, Laboratory of Pharmaceutics, Beijing Friendship Hospital, Beijing

取:精密量取生药甲醇提取液 2ml 于具塞试管中,蒸干甲醇,残渣中加入蒸馏水 2ml,乙醚 10ml,盖塞振摇 3min,量取上层醚液 5ml 于 10ml 具塞试管中,蒸干乙醚加 1ml 甲醇溶解残渣。

制剂的游离蒽醌提取:精密量取 1.5ml 样品溶液于 20ml 具塞试管中,加入 10ml 乙醚盖塞振摇 3min,量取上层醚液 5ml 于具塞试管中,挥干乙醚,加入 1ml 甲醇溶解残渣。

2.3 薄层分离:将标准溶液及制剂溶液的甲醇溶液分别点于 0.5%CMC 的硅胶 H 薄层板上,用石油醚(30℃~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂展开。

2.4 含量测定:测定条件:测定波长(λ_s)420nm,参比波长(λ_R)650nm,反射法直线扫描。用光密度计法分别测定制剂中每个甙元的斑点面积分值,用随行标准曲线法计算相当甙元的量,即可按下式计算制剂中各甙元的含量。

$$\text{甙元的含量}\% = \frac{\text{相当甙元的含量}}{\text{点样量(mg)} \times 1000} \times 100$$

3 结果及讨论

实验结果表明:表 1 以大黄冷浸 0.5h 总蒽醌提取率高;表 2 大黄与其它 4 味药合煎总蒽醌提取率高,说明复方制剂中与其它 4 种成分共同合煎可促进大黄蒽醌的溶出,表 3 酒沉不仅使制剂沉淀减少、改善外观,并可使药液中总蒽醌含量在单位体积中提高;表 4 抗病毒 I 号中其它 4 味药与总蒽醌对照煎,说明总蒽醌的含量与总蒽醌煎近似。

表 1 大黄冷浸不同时间蒽醌衍生物含量测定结果

	总蒽醌	提取率	游离蒽醌	提取率	结合蒽醌	提取率
	(g/100g)	(%)	(g/100g)	(%)	(g/100g)	(%)
a)	0.5587	14.87	0.2667	10.51	0.2920	23.97
c)	0.5393	14.35	0.3800	14.97	0.1563	12.81
d)	0.4710	12.53	0.2783	10.97	0.1927	15.79

表 2 大黄与其它药分煎与合煎蒽醌衍生物含量测定结果

	总蒽醌	提取率	游离蒽醌	提取率	结合蒽醌	提取率
	(g/100g)	(%)	(g/100g)	(%)	(g/100g)	(%)
a)	0.5587	14.87	0.2667	10.51	0.292	23.93
b)	0.6687	17.79	0.3627	14.29	0.306	25.07

表 3 酒沉与非酒沉蒽醌衍生物含量测定结果

	总蒽醌	提取率	游离蒽醌	提取率	结合蒽醌	提取率
	(g/100g)	(%)	(g/100g)	(%)	(g/100g)	(%)
a)	0.5587	14.87	0.2667	10.51	0.292	23.93
b)	0.6687	17.79	0.3627	14.29	0.306	25.07
c)	0.7030	18.21	0.4770	18.80	0.2260	18.52
f)	0.8533	22.71	0.6770	26.68	0.1763	14.45

表 4 大黄单煎与其中一味药合煎蒽醌含量测定结果

	总蒽醌	提取率	游离蒽醌	提取率	结合蒽醌	提取率
	(g/100g)	(%)	(g/100g)	(%)	(g/100g)	(%)
g)	0.3450	9.18	0.1550	6.11	0.1900	13.11
h)	0.2670	7.11	0.2057	8.10	0.0613	5.02
i)	0.3143	8.36	0.1190	4.69	0.1953	16.00
j)	0.3660	9.74	0.2847	11.22	0.0813	6.66
k)	0.3910	10.40	0.2687	10.50	0.1223	10.02

* 结合蒽醌% = 总蒽醌% - 游离蒽醌%

通过实验可考虑将大黄冷浸半小时后与群药合煎,并以酒沉为本制剂的工艺方法较为合理。(1995-09-21 收稿)

征 订 通 知

《实用中医药杂志》是面向国内外公开发行的中医药连续出版物,内容新颖、实用、栏目丰富、多彩,是深受读者、作者欢迎的畅销杂志之一。一九九七年每期订价 2.80 元,半年 8.40 元,全年 16.80 元,邮发代号:78-100,国外代号:BM4506,全国各地邮局均可预订,脱订者也可直接向杂志社(重庆市渝中区山城巷 82 号,邮编:630010)办理邮购。凭订阅复印件投稿,同等条件优先选用。

《湖南中医杂志》由湖南省卫生厅主管、湖南省中医药研究院主办、本社编辑出版的综合性中医药学术期刊。本刊以面向临床、面向基层为宗旨。辟有论著、经验总结、老中医经验、中医急症、学术探讨、针灸医学、中药研究、疑难病症、医案医话、中医护理、短篇报道、单方验方、实验研究、医院管理、诊余反思、文献综述、晋升辅导等栏目。适合于从事医疗、科研、教学各个层次读者的需要。双月刊,逢单月 25 日出版,国内外公开发行。每册定价 3.50 元,国内代号:42-71 国外代号:BM1102 地址:长沙市麓山路 167 呈湖南省中医药研究院内 邮编:410006 电话:(0731)8888527。