

氏法>回流法>冷浸法>破碎法>渗漉法。

在回流提取法中,溶剂用量较大,为 30 倍量,加热时间长达数小时。由于药液长时间受热,致使其中的有效成分易改变。另外,热提提出的杂质较多,色重,较难脱色,其提取物收率及冬凌草甲素的含量相对也不高。

3 种冷提法(渗漉、冷浸、破碎)所用溶剂用量不同,渗漉和冷浸提取各用 20 倍量,破碎提取仅用 10 倍量,从提取时间上看,破碎提取仅为 2 min,渗漉提取为 72 h,冷浸提取为两周,提取时间差别甚大。从提取物中冬凌草甲素的含量看,破碎法为最高。不同提取工艺冬凌草甲素含量高低的一般规律为:破碎法>冷浸法>回流法>渗漉法。

综合考虑提取时间、提取的完全程度、所用溶剂和能源、所得提取物中冬凌草甲素含

量高低等因素,提取工艺应优选破碎提取或冷浸提取,尤其是破碎提取,尽管收率并不高,但其中所含有效成分冬凌草甲素的含量却居四者首位,并具有提取快速、充分、完全、节省时间、溶剂和能源的特点,使其更具有独到之处,加之不需要大型设备,操作简单,使用方便,投资少,成本低,因此易于被生产厂家采用。

参 考 文 献

1 河南省冬凌草研究协作组. 肿瘤防治研究,1974,1(2): 86
2 河南省医学科学研究所肿瘤药理研究组. 河南医学院学报,1975,10(2): 9
3 河南医学院肿瘤科. 河南医学院学报,1975,10(2):17
4 河南医学院肿瘤科. 河南医学院学报,1976,11(5):22

(1996-10-03 收稿)

Studies on Different Extraction Processes for Blushred Rabdosia (*Rabdosia rubescens*)

Yuan Ke, Hu Runhuai, Zhang Qingling, et al

Different processes for the extraction of *Rabdosia rubescens* Hemsl were studied by comparing the yield of oridonin as a criterion. Result showed that extraction of the pulverized herbal drug with a specially designed apparatus gave the highest yield of oridonin.

大黄流浸膏中大黄素的含量测定

南京军区总医院中山制药厂(210012) 方银杏* 王玉玺

摘 要 大黄是常用中药,大黄流浸膏是中国药典 1995 年版收载的制剂。本实验对大黄流浸膏中大黄素进行了含量测定,大黄素含量为 0.2487%,并对大黄素的含量测定进行了方法学考查,加样回收率为 97.30%,RSD 为 0.77%。

关键词 大黄流浸膏 大黄素 含量测定

大黄流浸膏是中国药典 1995 年版收载的制剂,但缺乏质量控制标准,我们测定了该制剂中大黄素的含量,以期为制定质量标准提供依据。

1 药品及仪器

大黄:购自南京市药材公司,经检验符合药典规定;大黄素:购自中国药品生物制品检定所,经检验可用于含量测定。所用试剂均为

* Address: Fang Yinxing, Nanjing Military Area General Hospital, Zhongshan Factory, Nanjing
方银杏 女,1993-07 毕业于中国药科大学,获学士学位。分配于南京军区总医院中山制药厂工作,助工。从事新药研制,技术工作。“新清宁胶囊”的研究,是主要研制者之一,该药已于 1996-03-22 获得“新药证书”。

分析纯。751 G 分光光度计(上海分析仪器厂)。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备:按中国药典 1995 年版大黄流浸膏制法项下操作,制得大黄流浸膏。精密量取供试品 0.3 mL,置 100 mL 圆底烧瓶中,水浴挥干,加 2.5 mol/L 硫酸液 20 mL,加热回流 2 h,冷却,加氯仿 50 mL,水浴回流 1 h,用脱脂棉过滤,分取氯仿层,将残渣、酸液放入烧瓶中,再加氯仿 40 mL,继续回流 1 h,冷却后,分取氯仿层,合并两次氯仿液。水洗 3 次,回收氯仿至干。残渣加甲醇溶解并稀释至 5 mL,作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取大黄素对照品一定量,加无水甲醇溶解制成每 1 mL 含 0.25 mg 的溶液。

2.3 标准曲线的绘制:用微量注射器精密量取对照品液(0.24 mg/mL)50、100、150、200、250 μ L 点于硅胶 H 薄层板上,用正己烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水(3:1:2:0.05:4)上层液为展开剂展开。挥去溶剂,于紫外光灯下标出条斑部位,并刮入 10 mL 离心刻度管中。各管分别精密加入无水乙醇 4 mL,涡旋振荡器振荡提取 1 min,静置 1 min,离心(3000 r/min)10 min,用吸管小心吸取上清液,置 1 cm 吸收池中,以同法处理的空白硅胶层提取液为空白,在 435 nm 处测定吸收值,分别为 0.096、0.194、0.296、0.399、0.496。以吸收度为纵坐标,大黄素的量(mg)作为横坐标,绘制标准曲线。回归方程 $A = 8.375 m - 0.0053 (n=3), r=0.99995$ 。

2.4 样品的测定:精密量取供试品溶液 100 μ L,点于硅胶 H 薄层板上,按标准曲线方法项下操作。按比色法(中国药典 1995 年版一部附录 32 页)测定,计算含量。结果见表 1。

2.5 板间差的测定:按标准曲线制备项下方法操作,点对照品溶液 100 μ L,结果 RSD=

0.45%($n=5$)。

2.6 仪器精密度试验:按比色法(中国药典 1995 年版一部附录 32 页),对同一对照品液连续测定 8 次,结果 RSD=0.5%。

表 1 大黄素的含量测定

批号	称重 (mL)	吸收度 ($n=2$)	大黄素的含量(%)		RSD (%)
			$\bar{x}$	$\bar{\bar{x}}$	
941113	0.300	0.121	0.2513	0.2504	0.54
	0.300	0.120	0.2494		
941117	0.300	0.119	0.2474	0.2464	0.57
	0.300	0.118	0.2454		
941119	0.300	0.119	0.2474	0.2494	1.11
	0.300	0.121	0.2513		

2.7 稳定性试验:按比色法(中国药典 1995 年版一部附录 32 页),对同一对照品溶液每隔一定时间测定一次,共考察 9 h,结果表明至少在 9 h 内稳定,RSD=0.48%。

2.8 加样回收率试验:在供试品中,精密加入一定量的大黄素对照品,按供试品溶液制备项下操作,点样,展开,定位,刮取,提取,比色,测定,结果回收率为 97.30%,RSD=0.77%($n=5$)。

3 结论

对大黄制剂的质量控制,一般都是对其游离蒽醌、总蒽醌进行含量测定^[1],近年来有文献报道用薄层扫描法对其所含的单一成分进行薄层扫描测定^[2],精密度都比较高。我们采用薄层比色法^[3]来测定大黄中大黄素的含量,结果表明这种方法比较可靠、简单,精密度也比较高,进行含量测定是可行的。通过以上研究,我们认为大黄流浸膏中大黄素的含量应大于 0.2%。

参 考 文 献

1 翟守道,等. 南京部队医药,1993(2):22
2 中药制剂分析. 南京:南京大学出版社. 1992
3 王宝琴,等. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京:中国医药科技出版社,1994

(1996-10-30 收稿)