

- 2 吕武清,等. 中成药,1996;18(7):1

5 徐淑云主编. 药理实验方法学. 北京:人民卫生出版社,1982:1003
- 3 李奇主编. 中药药理研究方法学. 北京:人民卫生出版社,1993:315

(1998-03-24 收稿)
- 4 崔景明,等. 中成药,1997;19(3):32

Application of Model N ZTC 1+1 Natural Clarifying Agent in the Preparation of Chinese Traditional Herbal Drugs

Bia Yimin, Xu Xiaomei, Lai Shuizhao, *et al.* (Department of Pharmacy, People's Hospital of Yuebei, Shaokuan 512026)

Abstract The application of Model N ZTC 1+1 natural clarifying agent in the preparation of Bazhen oral liquid was studied and compared with water-alcohol extracting method as to the preparation procedure yield, stability and pharmacology of the specified active principles. The experimental results indicated that Model N ZTC 1+1 natural clarifying agent could be used as a new clarifier for clarifying liquids of Chinese traditional herbal drugs. The method could retain the specified active component of Chinese traditional herbal drugs and an alternative for the preparation of Chinese traditional herbal drugs.

Key words natural Clarifying agent Chinese traditional herbal drugs

GC 法测定中药罂粟壳中吗啡、可待因和罂粟碱的含量

上海市药品检验所(200233) 季申* 王柯

摘要 采用GC法测定中药罂粟壳中吗啡、可待因和罂粟碱的含量。色谱柱以1.5%OV-17为固定液,柱温从215℃程序升温至265℃,FID检测器。实验结果表明吗啡、可待因、罂粟碱在一定范围内线性关系良好,相关系数分别为0.9991、1.0000、0.9999;日内精密密度为2.3%、2.2%、1.5%;日间精密密度为5.0%、6.2%、6.6%;加样回收率分别为102.8%、101.4%、100.4%。方法准确可靠,重现性好。

关键词 罂粟壳 GC法 吗啡 可待因 罂粟碱 含量测定

罂粟壳为罂粟科植物罂粟 *Papaver somniferum* L. 的干燥成熟果壳,具有敛肺、涩肠、止痛的作用,收载于中国药典1995年版一部,但无含量测定项目,由于本品久服易成瘾,仅有鉴别项难以控制其质量。虽然有关阿片类成分的分析报道有UV、HPLC、GC法等^[1],但对成分含量甚少的罂粟壳进行几种成分的同时测定未见报道。为此,我们研究建立了用GC法同时测定罂粟壳中吗啡、可待因、罂粟碱含量的方法。实验结果表明,该法操作简便,回收率高,结果可靠,重现性好。

1 仪器与试药

1.1 仪器:岛津GC-15A气相色谱仪,氢火焰离子化检测器,C-R4A数据处理机。

1.2 试药:对照品磷酸可待因(CD-H₃PO₄)、吗啡(MF)、盐酸罂粟碱(YS-HCl),均由中国药品生物制品检定所提供。样品收集于各地药材公司。试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:OV-17为固定液,涂布浓度1.5%,玻璃柱(2m)。进样口温度为270℃,检测器温度280℃,柱温从215℃

* Address: Ji Shen, Shanghai Municipal Institute for Drug Control, Shanghai

程序升温至 265 ℃,保持一定时间。载气(氮气)60 mL/min,纸速 2 mm/min。

2.2 系统适应性试验:在上述色谱条件下,理论板数以可待因峰计算可达 2 000 以上,可待因和吗啡峰的分离度大于 2.0。

2.3 样品提取方法的选择:取样品粉末适量,精密称定,加乙醚 40 mL,水浴上加热回流 30 min,滤过,残渣加入石油醚(60 ℃~90 ℃)40 mL,水浴上加热回流 30 min,滤过,残渣加乙醇 30 mL,加热回流,重复 5 次,每次 1 h,合并滤液,回收溶剂,残渣用氯仿-甲醇(3:1)混合液溶解,转移至 5 mL 量瓶中,定容。进样分析,结果(见表 1)表明用乙醇回流提取 3 次,每次 1 h,提取已基本完全。

表 1 提取方法的选择

提取次数	含量(%)		
	CD	MF	YS
1	0.035	0.051	0.011
2	0.051	0.079	0.012
3	0.056	0.086	0.015
4	0.061	0.097	0.014
5	0.065	0.100	0.015

2.4 对照品溶液的配制:取磷酸可待因、吗啡、盐酸罂粟碱对照品适量,精密称定,加氯仿-甲醇(3:1)混合液制成每 1 mL 分别含 2.0、2.5、1.5 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.5 供试品溶液的配制:取本品粉末(过 20 目筛)5 g,精密称定,加乙醚 40 mL,置水浴加热回流 30 min,滤过,残渣加入石油醚(60 ℃~90 ℃)40 mL,置水浴加热回流 30 min,滤过,残渣加入乙醇 30 mL,加热回流,滤过,重复回流 3 次,每次 1 h,合并滤液,回收溶剂,残渣用氯仿-甲醇(3:1)混合液溶解,转移至 5 mL 量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。

2.6 线性关系考察:精密吸取上述对照品溶液 0.2、0.5、1.0、2.0、3.0、5.0 μL 进样分析,以进样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐标,经回归分析,结果见图 1,表 2。

表 2 线性关系(n=6)

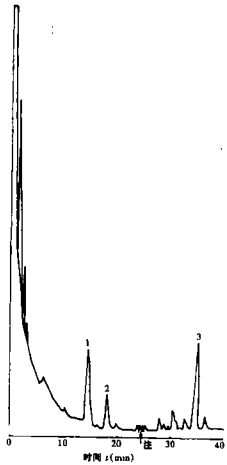
组分名称	回归方程	相关系数(r)
磷酸可待因	$Y=896.7843+9332.4X$	1.0000
吗啡	$Y=-1944.38+5726.48X$	0.9991
盐酸罂粟碱	$Y=767.397+11426.68X$	0.9999

2.7 精密度试验:精密吸取对照品溶液 2.0

μL 进样分析,结果见表 3。

表 3 精密度测定结果

组分名称	RSD(%)	
	日内(n=5)	日间(n=5)
磷酸可待因	2.2	6.2
吗啡	2.3	5.0
盐酸罂粟碱	1.5	6.6



1-可待因 2-吗啡
3-罂粟碱

图 1 样品色谱图

2.8 加样回收率试验:取罂粟壳样品粉末 2 g,精密称定,精密加入一定量的对照品,以下同供试品处理方法,然后用 GC 测定,计算加样回收率,结果 CD 为 101.4%,RSD 为 3.1%;MF 为 102.8%,RSD 为 2.3%;YS 为 100.4%,RSD 为 2.3%(n=5)。

2.9 重复性试验:取同批样品 5 份,按上述方法进行含量测定,RSD 为 CD = 5.3%, MF = 6.0%, YS = 3.3%(n=

5)。

2.10 样品测定:取各地收集的样品接上述方法处理,含量测定结果见表 4。

表 4 各地样品含量测定结果(%) (n=6)

样品来源	CD	MF	YS
云南	0.018	0.036	0.010
河北	0.035	0.037	0.014
陕西	0.036	0.036	0.018
贵州	0.031	0.034	0.017
湖北	0.060	0.093	0.014
上海	0.023	0.032	0.033

3 小结与讨论

3.1 据文献报道,用 HPLC 分析阿片类成分方法较多,但要分析上述 3 种成分必须要用两种系统的流动相^[2],或进行梯度洗脱才能得到较好的分离^[3,4],且 HPLC 法进样量大,色谱柱易污染,由于罂粟壳中生物碱含量极少,采用 HPLC 法分析更为困难。建立的 GC 法测定 3 种成分,方法简便,灵敏度高,并能同时测定 3 种成分的含量。

3.2 在选择供试品溶液制备方法的过程中,利用生物碱的酸碱性,在酸碱处理后用氯仿提取,可除去较多的杂质,但由于吗啡具有两性酚基,在任何 pH 条件下均不能被完全提取,吗啡的回收率较低^[5];用氯仿或乙醇直接提取时,杂质较多,对待测成分干扰大。最后采用乙醚除去一些酸性和中性化合物,用石油醚除去一些脂溶性杂质,再用乙醇提取得到的供试品溶液进行 GC 分析,结果表明有效成分提取完全,不受干扰成分影响。

3.3 方法中吗啡、可待因、罂粟碱的加样回收率分别为 102.8%、101.4%、100.4%;吗啡在 0.644 μg ~16.1 μg 、磷酸可待因在

0.361 μg ~9.02 μg 、盐酸罂粟碱在 0.444 μg ~11.1 μg 范围内线性关系良好。本法测得结果准确,重现性好,可应用于各种来源的罂粟壳的含量测定,并且为寻求含罂粟壳制剂中毒品类成分的分析提供了较好的方法。

参考文献

- 1 刘志民著.现代实用毒物分析.北京:人民卫生出版社,1984
- 2 Landis W, et al. J Chromatogr, 1982; 253: 120
- 3 Ayyangar N R, et al. J Chromatogr, 1986; 366: 435
- 4 Ayyangar N R, et al. J Chromatogr, 1988; 436: 455
- 5 王宪楷主编.天然药物化学.北京:人民卫生出版社, 1988

(1997-12-15 收稿)

结肠康颗粒剂的制备及质量标准研究

福建省龙岩市第二医院(364000) 钟永祥* 卢秀琼 邹永东 林振和 钟启良

摘 要 采取“半仿生提取法”制备结肠康颗粒剂,选择测定总黄酮、齐墩果酸的含量作为制剂质量控制标准。优选了制备工艺的最佳条件和含量测定方法。

关键词 结肠康颗粒剂 制备工艺 质量标准

结肠康颗粒剂是由中医药专家钟启良主任医师治疗慢性溃疡性结肠炎优选方剂改进而成,由败酱草、鱼腥草、仙鹤草、黄芪、白术组成,临床应用疗效显著。采用半仿生提取法工艺制备^[1],用比例分割法优选半仿生提取法的最佳工艺条件。根据组方中多数生药含黄酮类成分,方中君药败酱草含齐墩果酸苷元的特点^[2],选择测定总黄酮、齐墩果酸的含量作为制剂的质量控制方法。

1 仪器与材料

日本岛津 UV2100 型紫外分光光度计,芦丁、齐墩果酸标准品(中国药品生物制品检定所);所用试剂均为分析纯。

败酱草、鱼腥草、仙鹤草、黄芪、白术购于龙岩市医药公司中药经营部,经鉴定为正品。

2 制备工艺

处方:败酱草 600 g,鱼腥草 450 g,仙鹤草 450 g,黄芪 450 g,白术 300 g。

药材处理:药材净选后,按处方量称取,粉碎成粗粉,加 15 倍量 pH 2 的水浸渍 3 h。

浸膏的制备:采用半仿生提取法提取有效成分,根据文献,用比例分割法优选半仿生提取法的最佳 pH 值为 2 和 9。用 pH 2 的水为第一煎,煮沸 45 min,过滤;药渣用 pH 9 的水 8 倍量浸渍 3 h、煮沸 45 min 作为第二煎,过滤,合并 2 次滤液,减压浓缩成稠膏状

* Address: Zhong Yongxiang, Second Hospital of Longyan, Longyan

钟永祥 男 福建省卫校药剂专业毕业,现任龙岩市第二医院药剂科主任,主管药师。主要从事新药、新制剂及临床药理方面的工作。近几年发表的有关论文为:卡托普利的不良反应与对策、槐香烯的临床前药理研究及临床应用、通宣胶囊的研制及临床应用,参与编写《新编临床药物应用》。