

醋酸 4.0 mL,离心,取上清液,随行空白,于 545 nm 波长处测定吸收度。按回归方程计算齐墩果酸的含量,结果见表 1。

3.4 加样回收试验:取按样品测定方法预处理和测得已知含量的样品处理液 2 mL,加入芦丁对照液一定量、齐墩果酸一定量,按样品含量测定项下测定吸收度。结果黄酮加样回收率为 99.4%, $RSD=1.23\%$ ($n=5$)。齐墩果酸回收率为 97.1%, $RSD=1.46\%$ ($n=5$)。

3.5 稳定性试验:取结肠康颗粒剂 3 袋,按样品测定项的方法制备、测定。每隔 15 min 测定一次吸收度,结果总黄酮在 45 min 内稳定;齐墩果酸在 48 h 内稳定。

4 讨论

4.1 复方中药的生理活性成分和作用机制

非常复杂,在制备工艺的研究中,根据中医治病的特点,曾对水煎浓缩、醇提浓缩、半仿生提取醇沉浓缩、半仿生提取浓缩 4 种方法进行综合评分比较,结果以半仿生提取浓缩法最为理想,能最大限度地保留各味中药的有效成分,充分发挥药效。

4.2 药材的来源、贮存条件不同,质量优劣明显,使汤剂的疗效有显著的差异。将汤剂改成颗粒剂,可以按合适季节、药用部位进行采集,药材质量得到保证,同时颗粒剂具有服用、携带方便,剂量准确等优点。

参考文献

- 1 张兆旺,等. 中国中药杂志,1995;20(4),670
- 2 阴健等编. 中药现代研究与临床应用. 北京:学苑出版社,219,241,432,457,592

(1998-03-12 收稿)

胆安冲剂的质量控制

天津市第二中心医院(300120) 王守愚 李连刚

胆安冲剂是我院临床上治疗胆石症、急慢性胆囊炎疗效确切的中药复方制剂,经多年临床应用对胆总管结石的有效率达 98%。为了更好地控制本品的质量,我们制订了本品的质量标准,除应符合中国药典(1995 年版·一部,附录 IC)颗粒剂(冲剂)规定外,采用薄层色谱法,对主要药味金钱草、海金沙进行薄层鉴别,采用 CS-930 型薄层扫描仪测定了制剂中大黄素的含量。

1 仪器与材料

CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津),大黄素对照品(购自天津药物研究院),高效硅胶薄层板(烟台化工厂制),硅胶 G(薄层层析用,青岛海洋化工厂制),胆安冲剂(天津市第二中心医院制),对照药材大黄(中国药品生物制品检定所),金钱草、海金沙(天津市药材集团公司),其它试剂为分析纯。

2 薄层鉴别

2.1 成品供试液制备:取胆安冲剂 20 g,研细,加氯仿 50 mL,水浴回流 1 h,滤取氯仿液,回收氯仿至干,加氯仿 1 mL 溶解。

2.2 药材对照液制备:取金钱草、海金沙各 5 g,分别加水 100 mL 煎煮 1 h,滤取煎液,分别浓缩至 30 mL,用氯仿萃取 2 次,每次 10 mL,合并氯仿液,挥干,加氯仿 1 mL 溶解。

2.3 阴性对照液制备:取不含金钱草、海金沙冲剂各 20 g,分别按成品供试液方法制备。

2.4 薄层层析:取以上 5 种溶液各 2 μ L,点于同一硅胶 G 薄层板上(厚 0.5 mm,10 cm $\times$ 10 cm),以苯-氯仿-丙酮-甲酸(30:18:12:1.5)展开、展距 8 cm,365 nm 紫外线灯下检视,结果见图 1。

3 大黄素的含量测定

3.1 回归方程的建立:精密称取大黄素 9.60 mg,以甲醇定容于 10 mL 量瓶中,使之成 0.96 mg/mL 标准液,分别取 0.5、1、1.5、2、2.5、3、3.5、4、4.5、5.0 μ L 点于同一块高效硅胶薄层板上(20 cm $\times$ 7 cm),以石油醚(60 $^{\circ}$ C $\sim$ 90 $^{\circ}$ C)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)倾斜上行展开,用 CS-930 型薄层扫描仪扫描。扫描条件: $\lambda_S=439$ nm, $\lambda_R=550$ nm,散射参数 $S_x=3$,狭缝 1.2 mm $\times$ 2 mm,灵敏度 $\times 1$,根据大黄素浓度

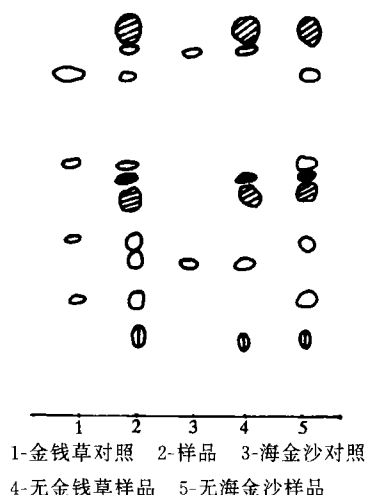


图1 样品薄层图

表1 大黄素浓度与峰面积的关系

大黄素(μg)	0.48	0.96	1.44	1.92	2.40	2.88	3.36	3.84	4.32	4.80
峰面积 $\times 10^{-5}$	0.3914	0.8386	1.1296	1.6075	1.9180	2.4199	2.7884	2.8791	3.4872	3.8895

表2 总大黄素含量测试结果

编号	1	2	3	4	5	$\bar{x}$	RSD%
含量(%)	1.502	1.394	1.438	1.50	1.463	1.459	3.105%

4 小结

金钱草为报春花科植物过路黄 *Lysimachia christinae* Hance 的干燥全草,海金沙为海金沙科植物海金沙 *Lygodium japonicum* (Thunb) S W. 的干

与峰面积积分值(表1),计算得回归方程: $A = 0.0411 + 0.7931C$, $r = 0.997$ 。说明大黄素浓度在 $4.8 \mu\text{g}$ 以下时与其峰面积值呈较好的线性关系。

3.2 大黄素的含量测定:样品适当研细,精密称定,取 5 g ,加甲醇适量,加热回流提取至溶剂无色,回收溶剂至干,加水 20 mL 、盐酸 2 mL ,沸水浴中加热 1 h ,立即冷却,用乙醚萃取 3 次(30 、 20 、 20 mL),合并乙醚液,挥尽乙醚,用甲醇溶解,定容于 5 mL 容量瓶中,在高效硅胶薄层板上点样 $4 \mu\text{L}$ 、大黄素对照液(0.96 mg/mL) $2 \mu\text{L}$,展开与扫描条件同回归方程,经测定,结果见表2。

3.3 回收率实验:在高效硅胶薄层板上点样 $2 \mu\text{L}$,间隔点大黄素对照液 $1 \mu\text{L}$,分别以含量测定项下展开、扫描,结果平均回收率为 96.7% , $RSD = 1.3\%$ ($n = 6$)。

燥成熟孢子,大黄为蓼科植物掌叶大黄 *Rheum palmatum* L.、唐古特大黄 *R. tanguticum* Maxim. 或药用大黄 *R. officinale* Baill. 的干燥根及根茎。本品的薄层鉴别及含量测定方法灵敏,重现性好,可确保保品质量。

(1997-10-10 收稿)

利用单因素和正交试验法筛选出新药偏瘫灵颗粒剂赋形剂种类和最佳用量

长沙九芝堂(集团)有限公司新产品开发中心(410008) 刘向前* 喻长远

偏瘫灵颗粒剂系治疗中风病恢复期偏瘫的新型中药制剂,具有滋阴熄风、化瘀通络之功效。主治中风引起的口舌歪斜、半身不遂、语言不利、头晕耳鸣等症。适用于出血性、缺血性中风恢复期的治疗。通过多次实验,偏瘫灵颗粒剂在制作过程中,粘性成分

多,颗粒难以成型,而且粉末易吸潮,因此,选用赋形剂的种类和用量十分关键。我们采用单因素和正交试验法筛选出赋形剂的种类和最佳用量,得到了较为理想的颗粒。

1 处方组成

* 刘向前 男 工程师,1991年毕业于兰州大学化学系,获天然产物理学硕士学位。现任长沙九芝堂医药有限公司副总经理,主管新产品开发。主要从事中草药成分研究及新药开发。完成“山光杜鹃化学成分研究”、“地榆原植物化学成分研究”、“湖南红豆杉化学成分研究”等项目,主持和参与了公司多个新产品(药品、保健品、食品)的研究开发。在国内外学术刊物上发表论文二十余篇。