

则无^[4]。见图 2

参考文献

- 1 徐国钧,等. 中药材粉末显微鉴定. 北京: 人民卫生出版社, 1986
- 2 李家实,等. 中药鉴定学. 上海: 上海科学技术出版社, 1997
358 657

- 3 中华人民共和国药典. 一部. 广州: 广东科技出版社, 1995 374
- 4 沙世炎. 中草药有效成分分析法. 北京: 人民卫生出版社, 1982
86

(1999-07-13收稿)

肾舒冲剂澄清工艺的研究

南京军区南京总医院 (210002)
上海中医药大学

王曙东 宋炳生 周 军
陶建生

肾舒冲剂为卫生部药品标准收载,采用水提醇沉工艺制备。本实验分别用壳聚糖、乙醇对其水提液作澄清处理,以处方中主药黄柏所含成分小檗碱为指标,进行含量比较,并以正交设计法优选壳聚糖的最佳澄清工艺。

1 药品、试剂和仪器

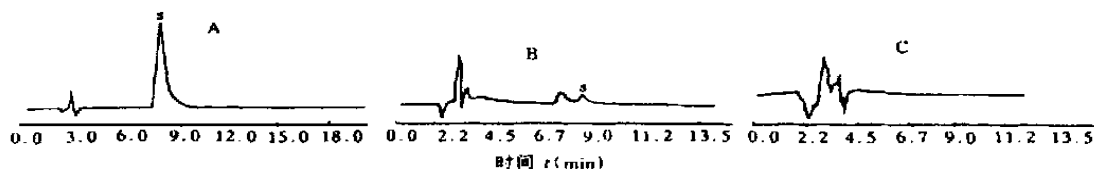
中药材购自上海市药材公司;小檗碱对照品购于中国药品生物制品检定所;壳聚糖购于华东理工大学理学院华凯科技贸易公司,用 1%醋酸配成 1%壳聚糖溶液;所用试剂均为 AR

仪器: 色谱仪系统包括 UV200紫外可变波长检测器, P200高压恒流泵(大连化物所), GJ-605型高压六通进样阀(进样杯体积 20 μ L), WDL-95色谱工作站(国家色谱中心), 色谱柱: Spherisorb C₁₈ 5 μ m 4.6 mm $\times$ 250 mm(大连化物所)。

2 小檗碱的含量测定方法

2.1 色谱条件: 流动相为乙腈-0.04 mol/L H₃PO₄ (42: 58), 检测波长 349 nm, 流速 1.0 mL/min, 柱温: 室温。色谱图见图 1

2.2 标准曲线: 精密称取 105 $^{\circ}$ C干燥至恒重的小檗



A-对照品 s-小檗碱 B-肾舒冲剂 C-空白

图 1 样品色谱图

碱 2.4 mg于 10 mL容量瓶中,加甲醇溶解至刻度,为 240 μ g/mL对照品溶液。取 5 mL加甲醇至 10 mL得 120 μ g/mL对照品溶液,分别取 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1.6 mL于 10 mL容量瓶中,加甲醇至刻度。液相色谱仪测定,进样量 20 μ L,以对照品浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,回归方程为: $Y = 26\,309.60X - 355.42$, $r = 0.999\,8$,小檗碱在 1.2~19.2 μ g/mL范围内峰面积与进样浓度呈线性关系

2.3 精密度试验: 精密吸取小檗碱对照品液 (0.03 μ g/mL) 0.5 mL于 10 mL容量瓶中,加流动相至刻度,连续进样 5次,每次 20 μ L,得平均峰面积值为 48 122, RSD 为 0.60%。

2.4 重现性试验: 平行取处方水煎液 10 mL(相当含黄柏 2 g)5份于三角瓶中,水浴挥干,依法测定峰

面积,得小檗碱面积均值为 402 320, RSD 为 2.50%。

2.5 回收率试验: 精密吸取已知小檗碱含量的水煎液,精密加入小檗碱对照品,依法测定,结果回收率为 89.99%, $RSD = 3.9\%$ ($n = 4$)。

3 不同澄清液澄清工艺的比较

3.1 不同澄清剂的澄清工艺: 取处方水提液 10 mL(相当含黄柏 2 g)各 3份,按下述方法分别处理: 1号: 40%乙醇沉淀,过滤,滤液水浴挥干; 2号: 40%壳聚糖溶液沉淀, 80 $^{\circ}$ C水浴加热片刻至澄清,过滤,滤液水浴挥干; 3号: 未经任何澄清处理,直接水浴挥干。

3.2 样品处理与测定结果: 取上述样品分别加入 10 mL氯仿,超声提取 10 min,过滤,挥干氯仿,残渣甲醇溶解并定容 10 mL,取 50 μ L加入 150 μ L流

动相混匀,注入液相色谱仪,进样量 20 μ L 结果见表 1

表 1 不同澄清方法的肾舒冲剂样品的含量测定		
编 号	平均值	RSD
	(n= 3)	(%)
1峰面积	12 170	7. 75
浓度 (μ g /m L)	4. 64	
2峰面积	107 600	4. 50
浓度 (μ g /m L)	4. 10	
3峰面积	154 300	4. 37
浓度 (μ g /m L)	5. 58	

4 正交设计优选壳聚糖最佳澄清工艺

4. 1 试验因素与因素水平的确定: 根据壳聚糖本身的特点以及实际应用的情况,确定影响澄清效果的相关因素: 壳聚糖加入量、药液浓度、药液的 pH值,利用 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验,其因素水平设置如下:

因素 A[#] 壳聚糖加入量: A₁= 1. 0 mL, A₂= 2. 0 mL, A₃= 4. 0 mL

因素 B[#] 药液浓度 (g /mL): B₁= 2. 0, B₂= 1. 0, B₃= 0. 5

因素 C[#] 药液的 pH值: C₁= 4, C₂= 5, C₃= 6

4. 2 结果与分析: 按 $L_9(3^4)$ 正交设计表所设定的工艺条件试验,结果见表 2, 3

实验结果表明,壳聚糖处理的样品含量较醇沉法略低,都低于未处理样品,正交试验方差分析表明,壳聚糖加入量、药液浓度、药液的 pH, 在所选择

表 2 壳聚糖澄清工艺的正交试验结果						
试验号	A	B	C		峰面积	浓度
	1	2	3	4		
1	1	1	1	1	129 200	4. 92
2	1	2	2	2	129 300	4. 93
3	1	3	3	3	115 800	4. 41
4	2	1	2	3	111 800	4. 26
5	2	2	3	1	124 500	4. 75
6	2	3	1	2	120 600	4. 60
7	3	1	3	2	108 700	4. 15
8	3	2	1	3	116 100	4. 43
9	3	3	2	1	88 980	3. 40
I	14. 26	13. 33	13. 95	13. 07		
II	13. 61	14. 11	12. 59	13. 68		
III	11. 98	12. 41	13. 31	13. 10		
$\overline{I}$	4. 75	4. 44	4. 65	4. 36		
$\overline{II}$	4. 54	4. 70	4. 20	4. 56		
$\overline{III}$	3. 99	4. 14	4. 44	4. 37		
R	0. 76	0. 56	0. 45	0. 19		
R _{ij}	532. 10	530. 79	530. 27	529. 58	R _{ij} I ² + II ² + III ²	
S _{ij} B _j /3- CT	0. 92	0. 48	0. 31	0. 077	CT= ($\sum X$) ² /n=	176. 45

表 3 壳聚糖澄清工艺的方差分析				
变异来源	L	V	M S	F
A	0. 92	2	0. 46	11. 95
B	0. 48	2	0. 24	6. 23
C	0. 31	2	0. 155	4. 03
误差	0. 077	2	0. 0385	

$F_{0. 05}(2, 2)= 19. 0$

的 3个水平中对样品含量的影响无显著性差异。直观分析可知因素主次关系为 A B C,较好的方案为 A₁ B₂ C₄

(1999-03-11收稿)

药液紫外吸收作为中药提取工艺评价指标的可行性考察

华西医科大学药学院(成都 610041) 江 波* 侯世祥 孙毅毅

中药制剂工艺步骤多,影响因素复杂,对其进行合理性考察,实验样本数多。寻求操作简便、耗时少、迅速可行的评价指标,具有重要的实际意义。中药所含成分复杂,致使药液中多成分共存,各自的理化性质相互掩盖或重叠而难于表现,如旋光、红外等,而紫外吸收为大多数中药有效成分所具有,由于其加合性而表现出来。因此,中药药液一般在紫外区皆有吸收,这就使紫外吸收作为评价指标成为可能。

本实验以川芎、丹参、葛根药材为样本,考察其药液紫外吸收与有效成分含量之间的相关性,探讨了药液紫外吸收作为工艺条件筛选的间接含量指

标,评价相对结果的可行性及其适用范围。

1 仪器和材料

岛津 LC-6A高效液相色谱仪: Shimpack CLC-ODS色谱柱 (150 mm $\times$ 6. 0 mm i. d., 5 μ m); SPD-6A紫外检测器;岛津 UV-2201紫外分光光度计。

丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge.、川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort.、葛根 *Pueraria lobata* O-hwi,经华西医科大学药学院生药教研室王曙副教授鉴定。

阿魏酸、葛根素(购自中国药品生物制品检定所),丹参素(购自上海医科大学药学院)。试剂均为

* 江 波 98届毕业研究生,现工作单位: 复旦大学生命科学院