

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 (n= 3)	RSD (%)
1峰面积	12 170	7.75
浓度 (μ g/mL)	4.64	
2峰面积	107 600	4.50
浓度 (μ g/mL)	4.10	
3峰面积	154 300	4.37
浓度 (μ g/mL)	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	因素				峰面积	浓度 (μ g/mL)
	A	B	C			
	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		
\bar{I}	4.75	4.44	4.65	4.36		
\bar{II}	4.54	4.70	4.20	4.56		
\bar{III}	3.99	4.14	4.44	4.37		
R	0.76	0.56	0.45	0.19		
R _j	532.10	530.79	530.27	529.58	R _j I ² + II ² + III ²	
S _j 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	MS	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 C₃

(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* Ohwi,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

分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 药材提取液紫外吸收的测定: 取三味药材分别净制, 粉碎成粗颗粒, 加水煎煮得提取液, 取药材提取液适量, 加水稀释至适当浓度于紫外区扫描。各药材紫外吸收图谱中皆有最大吸收峰, 其中丹参为 283.8 nm, 川芎为 280 nm, 葛根为 250 nm。

取不同批次的各药材提取液, 分别加水稀释至一定浓度, 于各自最大吸收波长处测定吸光值, 结果见表 1。

2.2 药材提取液有效成分的含量测定

2.2.1 丹参提取液中丹参素的含量测定: 以甲醇-0.2 mol/L NH₄Ac(硫酸调节 pH 2.2) (12: 88)为流动相, 280 nm 下检测。测得的丹参素标准曲线方程为 $A = 20 - 1.69 \times 10^6 C$, $r = 0.9999 (n = 3)$ 。进样量在 0.3~ 4.9 μg 范围内线性关系良好; 日内与日间精密度分别为 0.69% 和 1.61%; 平均加样回收率为 100.69%, $RSD 1.40\%$ 。

2.2.2 川芎提取液中阿魏酸的含量测定: 以甲醇-36% 醋酸-水 (28: 3: 69)为流动相, 322 nm 下检测。测得的阿魏酸标准曲线方程为 $A = 93 + 1.9 \times 10^6 C$, $r = 0.9999 (n = 3)$ 。进样量在 0.018~ 0.28 μg 范围内线性关系良好; 日内与日间精密度分别为 0.69% 和 2.0%; 平均加样回收率为 100.14%, $RSD 0.73\%$ 。

2.2.3 葛根提取液中葛根素的含量测定: 以甲醇-36% 醋酸-水 (25: 3: 72)为流动相, 247 nm 下检测。测得的葛根素标准曲线方程为 $A = 1.848 - 1.38 \times 10^6 C$, $r = 0.9999 (n = 3)$; 进样量在 0.038~ 0.608 μg 范围内线性关系良好; 日内与日间精密度分别为 0.20% 和 0.50%; 平均加样回收率为 100.60%, $RSD 0.70\%$ 。

2.2.4 样品测定: 取不同批次的各药材提取液适量, 分别稀释至适当浓度, 进样测定, 由回归方程计算出丹参素、阿魏酸和葛根素的含量, 结果见表 1。

2.3 数据处理及分析: 各药材提取液以紫外吸收值对有效成分含量进行直线回归, 并作回归的相关系数检验, 结果见表 1。

表 1 药材提取液紫外吸收值与成分含量相关性

丹参		川芎		葛根	
丹参素	A	阿魏酸	A	葛根素	A
(%, n= 9)	283.8 nm	(%, n= 9)	280.2 nm	(%, n= 11)	250 nm
1.10	0.69	0.72	0.38	3.26	0.47
$r = 0.8266$	$r_{0.01} = 0.798$	$r = 0.920$	$r_{0.01} = 0.798$	$r = 0.982$	$r_{0.01} = 0.785$
极显著		极显著		极显著	

3 讨论

本实验所选三味药材含有不同种类有效成分, 其中丹参含酚酸类, 葛根含黄酮类, 川芎含有机酸类、挥发油类和生物碱类, 以此三味药材进行实验, 具有一定的代表性。实验结果表明单味药材提取液紫外吸收值与药液中单一有效成分含量相关性显著, 说明药液紫外吸收值能反映出有效成分含量的相对高低, 其作为间接的含量评价指标是可行的。

中药成分复杂, 提取液中既含有黄酮、生物碱、萜醌、酚酸等小分子化合物, 也含有多糖、淀粉、蛋白质等大分子化合物, 而后者一般无紫外吸收或吸收很弱, 药液紫外吸收指标反映的是药液中具有紫外吸收的同类化合物的总体情况; 若药材所含有有效成分种类较多, 则紫外吸收为各类成分吸收的加合, 此时紫外吸收值也可间接反应出总的有效成分的含量高低。因此, 在工艺条件的优选中, 药液紫外吸收值不失为一个简便、快捷的间接含量评价指标。

(1999-03-21 收稿)

辛花口服液的质量控制

天津市第二中心医院 (300120) 王守愚

辛花口服液是由我院耳鼻喉科将治疗鼻炎多年临床经验处方经研制而成的中药复方制剂 [(95)津卫药制剂 (44)第 4-6-21-8号], 由辛夷、苍耳子、白芷、蒿本、蒲公英等 15 味中药组成。对大多数西药疗效不佳及拒绝上颌窦穿刺术的患者尤为适用。经几

年临床应用, 有效率达 91%。为确保本品内在质量, 制定了本品 pH 值和相对密度合格范围, 并对主要药味辛夷、苍耳子、白芷进行了 TLC 鉴别。

1 材料与仪器

药材: 辛夷、苍耳子、白芷 (天津市药材公司饮片