

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

厂提供),辛花口服液(本院制剂)。

试剂:硅胶 G(薄层层析用,青岛海洋化工厂产),其它试剂与溶剂均为分析纯。

仪器: pH-HJ90B型酸度计。

2 检查

2.1 pH值检查:按《中华人民共和国药典》1995版一部附录VII G pH值测定法测定 5批样品, pH值为 $4.384 \pm 9.176 \times 10^{-2}$, $RSD= 2.1\%$ 。pH值合格范围定为 4.27~ 4.48

2.2 相对体积质量检查:按中华人民共和国药典1995版一部附录VII A 相对体积质量测定法测定 5批样品,相对体积质量为 $1.029 \pm 0.676 \times 10^{-2}$, $RSD= 0.66\%$,本品相对体积质量应为 1.022~ 1.036

2.3 卫生学检查:按《中华人民共和国药典》1995版一部附录XIII C 微生物限度检查法检查,应符合卫生部药品卫生标准规定

2.4 其它检查:应符合《中华人民共和国药典》1995版一部附录 IJ 合剂项下标准。

3 鉴别

3.1 辛夷 TLC鉴别: 成品供试液制备:取成品 60 mL,分别用石油醚 乙醚各 20 mL脱脂及挥发油,再用氯仿萃取 2次,每次 20 mL,合并氯仿液,挥发至 1 mL。药材对照液制备:称辛夷 8 g加水 60 mL,煎煮 1 h,滤取煎液,用氯仿萃取 2次,每次 20 mL,合并氯仿液,挥发至 1 mL。阴性对照液制备:取不含辛花口服液 60 mL,制法同成品供试液。取以上 3液各 $2\mu\text{L}$,点于同一硅胶 G板上(厚 0.5 mm),以氯仿-乙酸乙酯-无水甲醇(45: 5: 3)展开,展距 10 cm, 365 nm紫外灯下检视,出现蓝色荧光斑点,结果见图 1A

3.2 苍耳子 TLC鉴别: 成品供试液制备:取成品 20 mL水浴蒸干,残渣加甲醇 10 mL溶解,过滤,滤液蒸发至 1 mL。药材对照液制备:取苍耳子 3 g加乙醚 20 mL浸泡 10 min,弃去并挥尽乙醚,加甲醇 20 mL浸泡 2 h,滤取甲醇液蒸发至 1 mL。阴性对照液制备:取不含苍耳子口服液 20 mL,制法同成品供试液。取以上 3液各 $2\mu\text{L}$,点于同一硅胶 G板上(厚 0.5 mm)以氯仿-乙酸乙酯-无水甲醇(45: 2: 4)展开,展距 10 cm, 365 nm紫外灯下检视,出现亮蓝色荧光斑点。结果见图 1B

3.3 白芷 TLC鉴别: 成品供试液制备:取成品 50 mL,煮沸 1 h并不断加水补足 30 mL,冷后加乙醚萃取 2次每次 10 mL,合并醚液,挥尽乙醚,残渣加

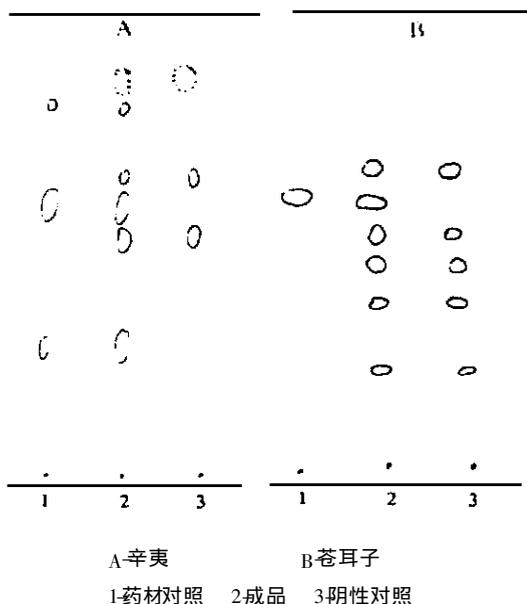


图 1 样品 TLC图

乙醚 2 mL溶解。药材对照液制备:取白芷 3 g加水 50 mL,煮沸 1 h并不断加水补足 50 mL,纱布过滤,滤液浓缩至 30 mL,加 95%乙醇 50 mL, $0^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 冷藏 2 h,滤取醇液,挥尽乙醇,加乙醚萃取 2次每次 10 mL,合并醚液,挥尽乙醚,残渣加乙醚 2 mL溶解。阴性对照液制备:取不含白芷口服液 50 mL,制法同成品供试液。取以上 3液各 $2\mu\text{L}$,点于同一硅胶 G板上(厚 0.5 mm),以石油醚-乙酸乙酯(2: 1)展开,展距 10 cm, 365 nm紫外灯下检视,出现蓝、棕、黄色荧光斑点,碘薰后出现棕黑色和棕黄色斑点,结果见图 2

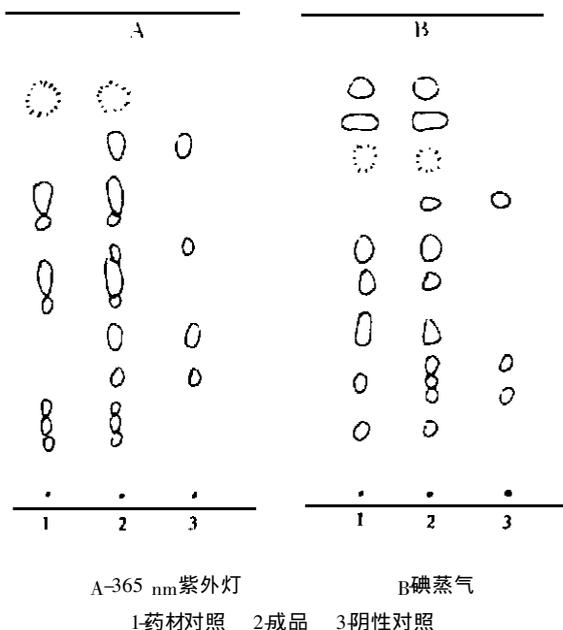


图 2 白芷 TLC图

(下转第 224页)

标两点法计算样品中大黄酸的含量,结果见表 2

表 2 不同采收期萱草根中大黄酸的含量 ($n=3$)

采收月份	含量 (%)		平均值 (%)		RSD (%)
3	0.004 997	0.004 837	0.004 919	0.004 918	1.63
4	0.017 05	0.016 95	0.017 28	0.017 09	0.989
5	0.025 73	0.025 14	0.026 45	0.025 77	2.55
6	0.017 63	0.017 63	0.017 61	0.017 62	0.001
7	0.012 94	0.012 12	0.012 75	0.012 60	3.14
8	0.011 17	0.011 05	0.011 86	0.011 36	3.85
9	0.012 92	0.013 92	0.013 81	0.013 55	4.04

4 讨论

不同采收期测定结果表明:

游离蒽醌的含量: 5月 > 7月 > 6月 > 9月 > 8月 > 4月 > 3月; 氧化型蒽醌的含量: 5月 > 7月 > 8月 > 6月 > 4月 > 9月 > 3月; 还原型蒽醌的含量: 6月 > 7月 > 5月 > 3月 > 4月 > 8月 > 9月; 结合型蒽醌的含量: 4月 > 8月 > 7月 > 3月 > 5月 > 6月 > 9月; 蒽醌衍生物的含量: 6月 > 5月 > 7月 > 4月 > 8月 > 3月 > 9月; 大黄酸的含量: 5月 > 6月 > 4月 > 9月 > 7月 > 8月 > 3月。

综合分析各采收期成分的含量,认为 5, 6月份

有效成分普遍含量较高,仅结合型蒽醌在此期含量相对较少。按天津的物候期, 5, 6月份萱草的花前期,此期采集药材较为适宜,而在花枯期及苗前期则含量较少。可能与开化对营养的消耗,以及越冬宿根营养的消耗及抽发新苗、新根对老根的营养消耗有关。但栽培萱草及黄花菜又多以花为观赏及食用,因此采根与采花是一对矛盾,“本草”虽记述采收期为 8月(农历),但载:“五月取花,八月采根”说明定此采收期是顾及“花”、“根”兼用。建国后《中药志》上载“春秋二季采挖”,亦可能是兼顾花(食)、根(药)同用,春季移栽前取根及秋季花后期取根。但从我们的采收期研究表明,取根药用的最好时期是花前期,这一时期根中的有效成分含量较高。野生种及非食用种,此期采根尤佳。

参考文献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典. 下册. 上海: 上海人民出版社, 1977. 2327
- 2 王强,等. 中草药, 1990, 21(1): 12

(1999-01-29收稿)

(上接第 190页)

4 小结

4.1 辛夷为木兰科植物望春花 *Magnolia biondii* Pamp, 玉兰 *M. denudata* Desr. 或武当玉兰 *M. sprengeri* Pamp. 的干燥花蕾。苍耳子为菊科植物苍耳 *Xanthium sibiricum* Patr. 的干燥成熟带总苞的果实。白芷为伞形科植物白芷 *Angelica dahurica*

(Fisch. ex Hoffm.) Benth. et Hook. f 或杭白芷 *A. dahurica* (Fisch. ex Hoffm.) Benth. et Hook. f. var. *formosana* (Boiss.) Shan et Yuan 的干燥根。

4.2 由于辛夷、苍耳子、白芷不同产地所含化学成分不完全相同, TLC鉴别必须用制备本品的同一批药材进行。

(1999-03-06收稿)

天津市医药科学研究所生物技术室技术服务内容简介

生物技术室是由专业人员组成的一支较强的科研队伍,有丰富的研究经验,从事分子生物、细胞、免疫及微生物、药理、病理等科研工作,愿竭诚为您提供优质服务。服务宗旨是:信誉第一,质量第一,社会效益第一。

研究开发和技术服务项目

1. 提供细胞培养技术: 细胞增殖, 细胞周期测定, 肿瘤细胞增殖, 细胞毒活性测定, 免疫淋巴细胞, T细胞, NK细胞, LAK细胞等活性测定。
2. 免疫药理实验, 免疫动物实验模型, 非特异性、特异性免疫指标 (炭粒廓清, 吞噬, 溶菌酶, 溶血素, PFC, 淋巴细胞转化率, PTH迟发变态, T细胞亚群分类)。
3. 肿瘤生物反应调整剂 (细胞体外抗肿瘤试验, NK细胞活性测定, LAK细胞活性测定, IL-2活性测定, 肿瘤坏死因子, 免疫酶学指标测定)。
4. 提供微生物学项目服务 (微生物检菌, 微生物药物抑菌实验, 微生物培养及小型发酵, 微生物分类筛选)。
5. 进行药理及毒理学的实验 (肿瘤药理动物筛选, 肿瘤细胞药物筛选, 一般药理急慢性毒理实验等)。
6. 提供病理诊断服务 (组织切片特殊染色, 组织化学染色, 免疫酶标组化病理诊断等)。

地址: 天津市和平区贵州路 96号 邮编: 300070

传真: 28228380 电话: 23358826-3019, 23358805-3015 联系人: 张居馨、王 理