

糖参片的加工方法

河北省秦皇岛市药材站 (066000) 李俊

介绍一种糖参片的加工制备方法。

1 处方组成

参片(鲜或干参片水分小于 14%) 500 g 冰糖粉(100目) 1 000 g 山梨酸 50 g 亚硫酸钠 50 g

2 工艺流程

选片→漂洗→浸泡→沥水→拌糖粉→真空(自然)糖浸→沥糖浆→冰冻干燥(冷冻干燥)或自然,阳光干燥→翻片整形→选片→检验→包装

3 操作要点

3.1 选料: 全皮无锈腐病, 黄褐铁锈, 红皮病, 根腐病。切片断面无黑褐色圈, 边缘整齐, 无裂纹, 空心, 干片长 15~40 mm, 宽 15~25 mm

鲜参选 5年生为佳, 洗净去须根后切成 45℃角斜片, 厚度 4~5.5 mm

优质生晒参以当年产的为佳, 瓜子形白斜片, 厚度 2~2.5 mm

3.2 漂洗: 选用生晒参用清水漂洗切后的片; 鲜参片切后, 可不漂洗。

3.3 浸泡: 将漂洗后的参片装在不锈钢或搪瓷容器内, 用 20℃温水(水量参片重量为 1.2: 1)以超出参片量为止。同时在水中加入 0.1% 的山梨酸, 使 pH 在 5.0 以下。时间一般为 2~3 h, 以浸透为佳。

3.4 沥水: 将浸透软化的参片捞出沥水, 也可用脱水机甩干。

3.5 拌糖粉: 将脱水后的参片称重, 按重量的 15% 加糖粉。湿参片及糖粉分层添加, 待最上层糖粉溶化后, 轻轻上下翻动。

3.6 真空糖渍或糖渍: 拌均匀的参片放入真空糖渍机内, 时间为 40~50 min, 真空度在 0.7~0.8 MPa, 温度 40℃~50℃之间, 时时翻动。

3.7 沥糖浆: 糖渍后的参片不流糖浆为宜。

3.8 真空冷冻干燥: 参片真空冷冻使水分冻成冰晶直接升华成气体的干燥方法。干燥时间缩短, 品质好, 口感松脆, 色泽一致, 片状完整。

采用人工干燥, 温度为 25℃~30℃为宜, 并置通风设备良好的筛网依次排列每片参片, 晾晒、烘干均可, 经常翻动, 防止翘曲和变色、变形。连续干燥为 96~100 h

3.9 选片: 参片的外观质量以水量不大于 10%, 在干燥床上分级(可自定规格), 色泽乳白, 均匀一致, 表面不反砂, 不起霜, 不结晶, 口感微甜, 参味浓郁有特异香气为佳。包装即得。

(1999-02-08 收稿)

夏枯草膏质量标准研究

南京生物工程与医药科技发展有限公司 (210008) 王玉玺 李红琴

夏枯草膏用于头痛眩晕, 瘰疬, 瘰疬, 乳痈肿痛, 甲状腺肿大, 淋巴结结核, 乳腺增生症, 高血压症。但缺少质量控制指标, 为此我们建立了该药薄层色谱鉴别及总黄酮的含量测定

1 仪器与药品

仪器: UV-3000 双波长双光束紫外分光光度计, 日本岛津公司。

药品: 芦丁对照品购自中国药品生物制品检定所, 定量用。所用试剂均为分析纯。夏枯草膏, 本公司研制, 批号: 960103, 960104, 960105, 960106, 960107

2 鉴别

预试验曾用芦丁、槲皮素作对照品, 发现无相应的斑点, 故采用夏枯药材作对照(经鉴定为唇形科植物 *Prunella vulgaris* L. 的果穗), 经乙酸乙酯-甲酸-水 (8: 1: 1)、氯仿-乙酸乙酯-甲酸-水 (7: 2: 0: 0.5: 0.5)、苯-甲醇-甲酸 (6: 3: 1)、苯-乙酸乙酯-甲酸-水 (5: 4: 0.5: 0.5) 多个展开系统试验, 发现用苯-乙酸乙酯-甲酸-水 (5: 4: 0.5: 0.5) 系统较理想, 三氯化铁显色后, 供试品与对照药材相应位置处可见 3 个紫褐色斑点 (图 1)

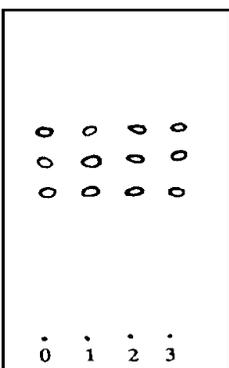
3 含量测定

3.1 测定波长的选择: 取芦丁对照品及样品进行吸收波长的扫描,提示在波长 500 nm 处为最大吸收,故确定最大吸收波长为 500 nm

3.2 测定条件的选择

3.2.1 提取方法的确定: 采用甲醇作为提取溶剂,选用 3 种提取方法(超声处理、索氏提取器提取及回流提取)进行试验,结果提示超声提取 1 h 提取不完全,索氏提取器提取时间太长,加热回流提取 2 h 较好。

3.3 线性关系考察: 精密称取在 105℃ 减压干燥至恒重的芦丁对照品 200 mg,加甲醇配成每 1 mL 含 0.2 mg 的溶液,精密吸取对照品溶液 (0.200 3 mg/mL) 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0 mL, 分别置 25 mL 量瓶中,各加水至 6 mL,加 5% 亚硝酸钠溶液 1 mL,使混匀,放置 6 min,加 10% 硝酸铝溶液 1 mL,使混匀,放置 6 min,加氢氧化钠试液 10 mL,再加水至刻度,摇匀,放置 15 min,照分光光度法(中华人民共和国药典 1995 年版一部附录 V B),在 500 nm 的波长处测定吸光度,分别为 0.088, 0.165, 0.257, 0.331, 0.402, 0.480,以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。计算回归方程 $Y = 0.79X + 0.01356$, $r = 0.9994$,表明芦丁在 0.2~1.2 mg 范围内呈良好的线性关系



0 对照药材
1 夏枯草 (960103)
2 夏枯草 (960104)
3 夏枯草 (960105)

图 1 样品薄层图

3.4 稳定性试验: 精密量取上述对照品溶液 3 mL,按 3.3 项下进行操作,间隔 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60 min 进行吸光度测定,结果提示在 40 min 内测定均稳定可靠。

3.5 回收率试验: 采用加样回收法,取已知含量的夏枯草胶囊 6 份,其中 2 份不加对照品溶液,其余 4 份分别加芦丁对照液 2 mL,按质量标准进行测定。结果平均回收率 101.95%, RSD 0.67%。提示该方法精密度、重现性较好。

3.6 样品含量测定: 精密称定本品约 0.5 g,置 150 mL 圆底烧瓶中,精密加入甲醇 50 mL,精密称定重量,加热回流提取 2 h,放冷,精密称定,并补足甲醇损耗量,密塞,振摇,过滤,精密吸取续滤液 1 mL,置 25 mL 容量瓶中,照 3.3 项下的方法,自“加水至 6 mL”起依法测定吸光度,从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的重量 (mg),计算,见表 1

表 1 样品含量测定结果

批号	样品重 (g)	总黄酮含量 (mg/g)
960103	2.1233	12.79
960104	2.0082	12.54
960105	2.1210	12.37
960106	2.2015	12.04
960107	2.1274	12.89

4 讨论

4.1 采用薄层色谱法鉴别夏枯草,操作简便可行,准确度高。

4.2 总黄酮的含量在 1.20%~1.29% 之间,考虑到药材产地、采收时间都会影响含量,故确定总黄酮以芦丁 ($C_{27}H_{30}O_{16}$) 计,含量不低于 1.0%。

(1999-05-17 收稿)

TAME 法测定金龙消栓合剂中蚓激酶单位效价

吉林省中医中药研究院 (长春 130021)
长春市儿童医院药剂科

焦连庆 于敏 黄青 张志伟
何亚全

金龙消栓合剂由地龙、川芎等 5 味中药组成,具有化痰熄风,祛瘀通络之功,用于中风引起的半身不遂,口舌歪斜等症。地龙为其主药,其有效成分为纤溶蛋白水解酶。为了控制该药品内在质量,我们对其酶活性进行效价测定。蚓激酶的效价测定有对甲苯磺酰-L-精氨酸甲酯法 (TAME)、尿激酶琼脂糖纤维蛋白平板法及组织纤溶酶原激活剂琼脂纤维蛋白平板法^[1]。我们采用 TAME 法,并对其进行了—

些改变,以期对中药复方中酶活力的效价测定也能够运用。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂: 紫外光谱分光光度仪 U-3400 (日本),超级恒温水浴 (重庆试验设备厂 CS50 型),金龙消栓合剂 (辽宁微生物研究所制药厂);试剂均为 AR 级。

1.2 对照品溶液制备: 精密量取甲醇 0.1 mL,置