

个不同产地样品中远志皂苷元的含量, 结果见表 1

表 1 样品含量测定结果

样号	产地	品 种	含量 (n= 3) (%)	RSD (%)
1	陕西合阳	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.72	2.07
2	陕西咸阳	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.98	2.64
3	陕西蒲城	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.94	3.15
4	甘肃东乡	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.57	2.97
5	甘肃民和	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.67	3.45
6	山西忻州	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.84	3.89
7	山东	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.59	4.03
8	河北安国	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.65	3.27
9	四川茂县	<i>P. sibirica</i> L.	0.62	3.15
10	甘肃临夏	<i>P. sibirica</i> L.	0.52	2.94

### 3 讨论

3.1 以远志皂苷元为对照品, 采用薄层扫描法测定了 10 个不同产地药材样品中远志皂苷元的含量, 方法准确, 简便, 灵敏, 重现性好, 可作为远志及其制剂的质量控制标准

3.2 样品溶液制备时, 生药必须先以乙醚脱脂除去杂质, 才能符合测定要求, 否则由于脂溶性杂质干扰, 影响测定结果。对生药的提取方法亦进行了考察, 结果表明采用索氏连续提取较热回流和超声提取法完全, 故对样品采用索氏提取。

3.3 所用显色剂为香草醛硫酸乙醇试液, 对远志皂苷元显色专一性强, 但该试液不稳定, 应临用新配, 避光低温保存, 曾试用 1% 硫酸乙醇溶液作显色剂, 但斑点显色后极不稳定且有背景干扰, 故未采用。

#### 参考文献

- 1 中华人民共和国药典. 1995年版一部. 广州: 广东科技出版社, 化学工业出版社, 1995: 132
- 2 徐国钧. 常用中药材品种整理和质量研究. 南方协作组. 第一册. 福州: 福建科学技术出版社, 1994: 344
- 3 中华人民共和国卫生部药政管理局. 中药新药研究指南 (药理学 毒理学). 39

(1999-02-10 收稿)

## ZTC H-1 天然澄清剂在化积膜制备工艺中的应用

北京市中医研究所 (100010) 曾祖平\* 何 薇 穆树仁

摘 要 向化积膜提取液中加入不同量的 ZTC H-1 澄清剂, 鉴别了上清液的主要成分当归、黄柏, 测定了上清液中大黄酸的含量, 并与醇沉工艺和未处理的药液进行了比较, 筛选出最佳工艺。

关键词 ZTC H-1 澄清剂 薄层层析 大黄酸 含量测定

化积膜是由黑膏药剂改成的中药复方涂膜剂。在工艺研究时, 分别用不同量的 ZTC H-1 澄清剂和乙醇对化积膜群药液水煎液进行沉淀处理。采用薄层层析法检识了上清液中的有效成分阿魏酸等, 采用薄层扫描法测定了上清液中大黄酸的含量, 确定了最佳工艺。

### 1 仪器与试药

LD5-2A 离心机 (北京医用离心机厂), UV-1型三用紫外分析仪 (上海顾村光电仪器厂), CS-9000 薄层扫描仪 (日本岛津)。

ZTC-H型澄清剂 A 和 B (北京正天成澄清技术有限公司), 化积膜群药液 (自制, 水煎后浓缩至相对密度为 1.01, 60℃测), 盐酸小檗碱, 盐酸巴马汀、阿魏酸、大黄酸对照品 (中国药品生物制品检定所), 硅胶 G、硅胶 H (青岛海洋化工厂), 其余试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

2.1 澄清剂的配制: A 组份用水配成 1% 溶液, 先用少量水搅成糊状, 然后加入需要的水量, 溶胀 24 h 搅拌, 双层纱布过滤, 即得。B 组份用 1% 醋酸配成 1% 溶液, 先用少量 1% 醋酸溶解 B 组份并搅成糊状, 再加入需要量的 1% 醋酸, 溶胀 24 h 双层纱布过滤, 即得。

2.2 样品制备: 精密吸取化积膜群药液 25 mL 共 12 份, 其中 8 份在 70℃水浴 5 min 后, 振摇下分别加入药液体积 2%, 4%, 6%, 8% 的 B 组分, 保温 2 h 后振摇下再分别加入药液体积 1%, 2%, 3%, 4% 的 A 组分, 离开水浴, 静置过夜后离心 (4 000 r/min, 20 min), 倾出上清液, 得样品 1, 2, 3, 4 各两份。

另两份化积膜群药液直接离心 (条件同上), 分取上清液, 得样品 5 两份。

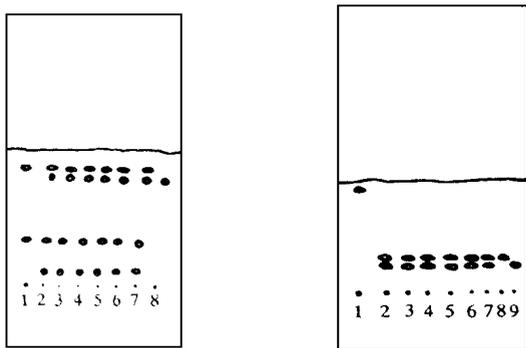
剩余两分化积膜群药液分别加入 95% 乙醇使

\* Address: Zeng Zuping, Beijing Institute of Traditional Chinese Medicine, Beijing

含醇量达 60%，静置过夜，离心(条件同上)，倾出上清液，回收乙醇，剩余药液为样品 6 两份。

2.3 TLC 检识

2.3.1 阿魏酸的鉴别<sup>[1]</sup>: 取各样品各 1 份，分别用盐酸调 pH 至 2~3 用醋酸乙酯萃取 2 次，每次 20 mL，合并醋酸乙酯层，回收溶剂至干，残渣用醋酸乙酯 1 mL 溶解，作为供试液。另取处方配比，除当归外的其它药材，同法制成当归阴性对照液。另取阿魏酸对照品，用甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的对照品溶液。分别吸取供试液各 5 μL，阴性对照液 5 μL，对照品溶液 2 μL，点于同一含 0.5% CM C-Na 的薄层硅胶 G 板上，以苯-冰醋酸-甲醇(10:0.3:1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯(365 nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应位置上显相同的蓝色荧光斑点，阴性对照则无(图 1)。



1 当归阴性 2 样 1  
3 样 2 4 样 3  
5 样 4 6 样 5  
7 样 6 8 阿魏酸

1 黄柏阴性 2 样 1 3 样 2  
4 样 3 5 样 4 6 样 5  
7 样 6 8 盐酸小檗碱  
9 盐酸巴马汀

图 1 当归样品 TLC 图 图 2 黄柏样品 TLC 图

2.3.2 黄柏的 TLC 鉴别<sup>[2]</sup>: 将 2.3.1 中醋酸乙酯萃取后的水层蒸干，甲醇 10 mL 溶解，过滤，滤液蒸干，残渣用甲醇 1 mL 溶解，作为供试液。另取不含黄柏的处方其它药材同法制成黄柏阴性对照液。取盐酸小檗碱、盐酸巴马汀对照品用甲醇制成每 1 mL 含 0.5 mg 的对照品溶液。分别吸取供试液各 5 μL，阴性对照液 5 μL，对照液各 2 μL，点于同一含 0.5% CM C-Na 的硅胶 G 薄层板上，以苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6:3:1.5:1.5:0.5)为展开剂，展开缸另一槽加入与展开剂等体积的浓氨试液，饱和 15 min 后展开，取出，晾干，置紫外灯(365 nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应位置上，显相同的黄色荧光斑点，阴性对照则无(图 2)。

2.4 大黄酸含量测定

2.4.1 标准曲线绘制: 精密称取大黄酸对照品 1.3 mg 于 25 mL 容量瓶中，加甲醇适量，超声处理 10 min，定容至刻度，得标准溶液。精密吸取标准溶液 2.4.6.8.10 μL，点于同一含 0.5% CM C-Na 的硅胶 H 板上，以环己烷-醋酸乙酯-甲酸(15:5:0.5)为展开剂，展开 12 cm，取出，晾干，进行双波长锯齿扫描，λ<sub>S</sub>=430 nm，λ<sub>R</sub>=550 nm，经计算得回归方程 Y=121.875.61X+5.472.91，r=0.999.7，线性范围为 0.104~0.520 μg。

2.4.2 样品测定: 将另一份样品 1~ 样品 6 分别用氯仿萃取 4 次，用量为 30.20.20.10 mL，合并氯仿层，回收溶剂至干，残渣用氯仿定溶于 5 mL 容量瓶中，精密吸取标准溶液 2.4 μL 和各样品定容液 5 μL，交叉点于同一薄层板上，展开，取出，晾干，扫描，以外标二点法计算各样品中大黄酸含量，见表 1。

表 1 大黄酸含量测定结果

样品编号	大黄酸含量 (mg/25 mL)
1	0.293.0
2	0.287.2
3	0.287.3
4	0.283.3
5	0.308.1
6	0.276.8

2.5 结论: TLC 检识和大黄酸含量测定结果表明，加入澄清剂和乙醇沉淀这两种方法，均能保留化积膜群药液中的主要有效成分，达到除去杂质澄清药液的目的，但前者上清液中大黄酸含量大于后者，与未处理的药液比较还是有一定损失，而且随着澄清剂浓度的加大，大黄酸含量损失增多。综合以上各因素，同时考虑各样品的颜色、澄明度，化积膜澄清方法选择样品 3 的处理方法，即加入药液体积 6% 的 B 组分，2 h 后再加入 3% 的 A 组分。

3 讨论

ZTC 澄清剂作为一种天然高分子，其作用机制是利用电荷和大分子的架桥作用，去除溶液中的鞣质、蛋白质、树胶等杂质，得到稳定、澄清的溶液。本实验结果显示，这种处理方法与醇沉比较，大黄酸含量提高很多。

本实验以大黄酸为定量指标，是由于大黄为处方中的主要药味，测定结果表明大黄酸含量最高，无需水解即可测定，方法简便。TLC 中所用展开剂由文献<sup>[2]</sup>改进而成，只需展开一次即得满意效果，但最好控制湿度在 50% 以下。

- 1 张 蕾,王勤国. 中成药, 1997, 19(2): 15
- 2 中华人民共和国药典中药薄层色谱彩色图集. 广州: 广东科技出版社, 1993 23 71

(1999-04-05收稿)

# 榄香烯口服乳稳定性研究

大连市医药科学研究所 (116013) 侯丽娟\* 谢继红 王 瑜

**摘 要** 根据化学动力学原理,采用恒温加速试验法,对榄香烯口服乳稳定性进行了研究,以榄香烯为指标,测定其含量,预测  $\tau_{0.9}^{40^\circ\text{C}}$  为 282 d  $\tau_{0.9}^{20^\circ\text{C}}$  为 164 d  $\tau_{0.9}^{25^\circ\text{C}}$  为 141 d  
**关键词** 榄香烯口服乳 稳定性 榄香烯 恒温加速试验

榄香烯口服乳是我所研制的口服抗癌药 对食道癌、胃癌等消化道肿瘤疗效显著. 该口服乳主要成分榄香烯为温郁金的根茎(习称温莪术)提取的挥发油成分<sup>[1]</sup>. 本实验以榄香烯为测定指标,采用恒温加速试验法<sup>[2]</sup>,预测其有效期,为使用和贮存该药提供参考依据

## 1 仪器、试剂和药品

**仪器:** GC-14A 型气相色谱仪(日本岛津); **试剂:** 正己醇(色谱纯),无水乙醇(分析纯); **药品:** 榄香烯口服乳(自制); **对照品:**  $\beta$ -榄香烯(本所).

## 2 含量测定

依据方法<sup>[3]</sup>,准确吸取榄香烯口服乳 1.0 mL 置 10 mL 量瓶中,加正丁醇内标液 1.0 mL,加无水乙醇至刻度,摇匀,用气相色谱仪测其含量.

## 3 试验方法与结果

取榄香烯口服乳,分别置 40℃、60℃、80℃ 恒温水浴中,定时取样,迅速冷却至室温,进行含量测定,结果见表 1

表 1 不同恒温条件下榄香烯含量测定结果

温度	40℃		60℃		80℃	
	t(h)	c (%)	t(h)	c (%)	t(h)	c (%)
0	106.44	2.0271	106.44	2.0271	106.44	2.0271
24	106.22	2.0262	106.19	2.0261	105.61	2.0237
72	105.90	2.0249	105.76	2.0243	105.01	2.0212
120	105.61	2.0237	104.89	2.0207	104.17	2.0177
240	105.24	2.0222	104.24	2.0180	103.19	2.0136

## 4 确定反应级数

根据表 1 各恒温条件下加热时间与含量变化,以  $\log c-t$  作图,显示为直线,见图 1 说明该药榄香烯随温度时间变化符合一级降解反应.

再将表 1 中数据以  $\log c$  与时间  $t$  的回归方程,并求得分解速度常数  $k$ ,见表 2 由表 2 可以看出各

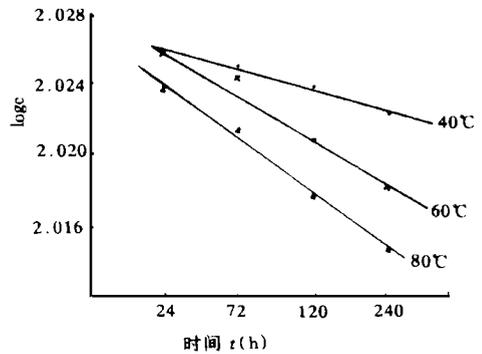


图 1 榄香烯  $\log c-t$  曲线

温度下的  $\log c$  与  $t$  相关显著. 因此可认为榄香烯的分解反应属一级降解反应.

## 5 有效期预测

表 2 不同恒温条件下  $\log c-t$  的回归方程及分解速度常数

温度 (°C)	回归方程	r	k	$\log k$
40	$\log c = 2.0266 - 2.0024 \times 10^{-5} t$	0.9759	$4.6115 \times 10^{-5}$	-4.3362
60	$\log c = 2.0268 - 3.9185 \times 10^{-5} t$	0.9776	$9.0243 \times 10^{-5}$	-4.0446
80	$\log c = 2.0255 - 5.3570 \times 10^{-5} t$	0.9731	$12.332 \times 10^{-5}$	-3.9088

将反应速度常数的对数  $\log k$  对各绝对温度的倒数  $1/T$  回归处理得 Arrhenius 方程,  $\log k = -1.18852631/T - 0.5211$  ( $|r| = 0.9851$ ). 分别将  $1/(274.2 + 4)$ ,  $1/(274.2 + 20)$  和  $1/(274.2 + 25)$  代入方程,求得 4℃、20℃、25℃ 的反应常数为  $k_{40^\circ\text{C}} = 1.5534 \times 10^{-5}$ ,  $k_{20^\circ\text{C}} = 2.6626 \times 10^{-5}$ ,  $k_{25^\circ\text{C}} = 3.113 \times 10^{-5}$ . 按  $\tau_{0.9} = 0.105/k$  计算预测有效期得  $\tau_{0.9}^{40^\circ\text{C}} = 282 \text{ d}$ ,  $\tau_{0.9}^{20^\circ\text{C}} = 164 \text{ d}$ ,  $\tau_{0.9}^{25^\circ\text{C}} = 141 \text{ d}$

## 6 讨论

上述实验说明榄香烯口服乳稳定性与温度有密切关系. 随温度升高有效期缩短. 预测 4℃、20℃、

\* Address Hou Lijuan, Dalian Institute of Medical and Pharmaceutical Sciences Dalian