

(1999-04-05 收稿)

- 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

# 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  $t_{0.9}$  为 282 d,  $t_{0.9}^{20}$  为 164 d,  $t_{0.9}^{25}$  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 (%)	logc	c (%)	logc	c (%)	logc
0	106.44	2.027 1	106.44	2.027 1	106.44	2.027 1
24	106.22	2.026 2	106.19	2.026 1	105.61	2.023 7
72	105.90	2.024 9	105.76	2.024 3	105.01	2.021 2
120	105.61	2.023 7	104.89	2.020 7	104.17	2.017 7
240	105.24	2.022 2	104.24	2.018 0	103.19	2.013 6

## 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

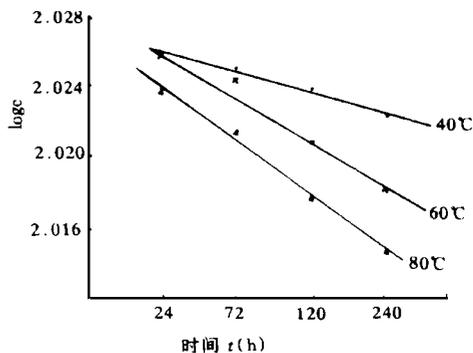


图 1 榄香烯 log c-t 曲线

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 logc-t 的回归方程及分解速度常数

温度	回归方程	r	k	logk
40	$\log c = 2.026 6X - 2.002 4 \times 10^{-5}$	0.975 9	$4.611 5 \times 10^{-5}$	-4.336 2
60	$\log c = 2.026 8X - 3.918 5 \times 10^{-5}$	0.977 6	$9.024 3 \times 10^{-5}$	-4.044 6
80	$\log c = 2.025 5X - 5.357 0 \times 10^{-5}$	0.973 1	$12.332 \times 10^{-5}$	-3.908 8

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,  $\log k = -1188.526 31/T - 0.521 1$  ( $r = 0.985 1$ )。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  $k_4 = 1.553 4 \times 10^{-5}$ ,  $k_{20} = 2.662 6 \times 10^{-5}$ ,  $k_{25} = 3.113 1 \times 10^{-5}$ 。按  $t_{0.9} = 0.105/k$  计算预测有效期得  $t_{0.9}^4 = 282$  d,  $t_{0.9}^{20} = 164$  d,  $t_{0.9}^{25} = 141$  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

25 的有效期分别为 282 d、164 d、141 d。因此该药应密闭、避光、置冷藏贮存。

参考文献

1 陈毓亨. 药学报, 1981, (5): 386

2 庞贻慧, 鲁纯素. 药物稳定性预测方法. 北京: 人民卫生出版社, 1984: 4

3 侯丽娟, 廉晓红, 陈玉仁. 色谱, 1996, 14(5): 412

(1999-02-01 收稿)

## 纤维素酶在补骨脂提取工艺中的应用

黑龙江医药工业研究所(哈尔滨 150040) 安宏 徐颖 于喜水

为考察纤维素酶破坏植物细胞壁后, 对中药材香豆精成分的提取效果, 我们选择补骨脂进行加酶组和未加酶组提取对比实验, 采用薄层扫描法, 以其有效成分补骨脂素作为考察指标。实验结果表明: 加酶组比未加酶组提高补骨脂素收率 23% ( $n=5$ )。

### 1 仪器与药品

岛津 CS-930 型薄扫描仪; 硅胶 GF<sub>254</sub>(青岛海洋化工厂), 乙醇、苯、乙酸乙酯均分析纯; 补骨脂素对照品(中国药品生物制品检定所); 补骨脂药材为豆科植物补骨脂 *Psoralea corylifolia* L. 的干燥成熟果实, 黑龙江省药材公司提供; 纤维酶粗品(活力约 2 000 U/g), 海林万力达集团公司提供。

### 2 实验方法结果

2.1 补骨脂药材提取的未加酶工艺(王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京: 中国医药科技出版社, 1994: 316): 取补骨脂适量, 加 10 倍量 50% 乙醇, 浸泡 30 d。

2.2 补骨脂药材的酶提取工艺: 本工艺是在未加酶工艺前, 加了一步对药材的酶解处理。即每克药材以 20 U 的量加入纤维素酶, 加入硫酸溶液调 pH 4.5, 充分搅拌, 置 43℃ 恒温水浴放置 3 h, 放冷至室温后, 用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调 pH 至中性, 加乙醇适量, 使浸泡液的醇浓度为 50%, 体积是药材的 10 倍量, 浸泡 30 d。

2.3 含量测定(同 2.1 文献, 72 页)。

2.3.1 供试品溶液的制备: 将上述两种工艺的制备

液分别滤过, 洗涤药渣, 滤液和洗液合并, 回收乙醇, 残渣用无水乙醇溶解, 滤过, 移置 25 mL 量瓶中, 加无水乙醇到刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.3.2 对照品溶液的制备: 取补骨脂素对照品用无水乙醇制成 1 mL 含 0.533 3 mg 的溶液。

2.3.3 薄层层析及扫描条件: 精密吸取供试品溶液及对照品溶液各 2  $\mu$ L, 点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上, 用苯-乙酸乙酯(9:1) 展开后, 于入 254 nm 紫外灯下观察定位, 进行扫描, 波长  $\lambda_s=240$  nm,  $\lambda_r=400$  nm, 反射法线性扫描, (狭缝 1 mm  $\times$  6 mm, CH=1, Sx=3) 则得供试品斑点与对照品斑点面积积分值, 计算, 即得。

2.4 收率与结果: 见表 1、2。

表 1 加酶组与未加酶组补骨脂素收率(%)

加酶组	未加酶组
0.165 2	0.134 3
0.184 1	0.145 3
0.196 6	0.159 1
0.178 2	0.140 1
0.182 9	0.155 8

表 2 两种不同工艺提取结果比较

	加酶法		未加酶法		t 值	P 值
	$\bar{x}_1$	S <sub>1</sub>	$\bar{x}_2$	S <sub>2</sub>		
提取率	0.181 4	0.011	0.146 9	0.010	5.134 1	< 0.001

$t_{0.001}(8) = 5.041$

结果表明: 加酶组比未加酶组提高补骨脂素收率 23%, 两组间差异显著( $P < 0.001$ )。

(2000-01-07 收稿)

## 用壳聚糖作澄清剂制备化斑口服液

南京军区南京总医院(210002)

宋炳生 李汉保 谢虞升

化斑口服液是由赤芍、白芍、珍珠母、夏枯草等

多味中药组成, 具有滋补肝肾、理气、化痰等功能, 临