

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 G<sub>F254</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 pH4. 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 G<sub>F254</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, S<sub>X</sub>=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   |
|-----|-------------|-------|-------------|-------|---------|---------|
|     | $\bar{x}_1$ | $S_1$ | $\bar{x}_2$ | $S_2$ |         |         |
| 提取率 | 0.181 4     | 0.011 | 0.146 9     | 0.010 | 5.134 1 | < 0.001 |

$t_{0.01}(8)=5.041$

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、化瘀等功能, 临

床用于黄褐斑、雀斑、色素沉着等有较好的疗效。原生产工艺采用水煎醇沉法,需耗用大量酒精,成本较高,现改用壳聚糖作澄清剂代替醇沉法工艺<sup>[1]</sup>,取得了较好的澄清效果,为考察其对有效成分有无影响,采用 TLC法比较了两种工艺中的芍药等的层析行为有无差异,并用 HPLC法<sup>[2]</sup>比较了两种工艺所得产品中芍药苷的含量

## 1 仪器与试药

1.1 仪器: P200高压恒流泵、不锈钢柱(柱长 25 cm,内径 4.6 mm)、UV 200紫外可变波长检测器、WDL色谱工作站(中国科学院大连化学物理研究所 国家色谱中心产品)

1.2 试药: 芍药苷对照品: 中国药品生物制品检定所,壳聚糖: 上海华凯科技贸易公司,甲醇: 色谱纯

## 2 实验方法及结果

2.1 对照品溶液的制备: 取减压干燥至恒重的芍药苷一定量,精密称定,用 50% 甲醇配成一定浓度的溶液(51.6  $\mu$ g/mL)

2.2 壳聚糖溶液的配制: 取壳聚糖用 1% 的醋酸液配成 1% 的溶液。

### 2.3 供试品溶液的制备

2.3.1 化斑口服液的制备: 按处方称取各药,水煎 3次,煎液合并,浓缩成药水比为 1:1 备用

2.3.2 供试液的制备: 取化斑口服液 5 mL 3份,分别置 3支试管中,第 1管不加澄清剂,第 2管加乙醇 5 mL,第 3管加壳聚糖液 0.5 mL,摇匀放置,第 3管 80℃ 加热 10 min,各管离心 10 min (3 000 r/min),取上清液用正丁醇萃取 4次,合并正丁醇液,挥去溶剂,残渣加 50% 甲醇溶解,滤入 25 mL 量瓶中,并用同一溶剂洗涤容器及滤器,滤入量瓶中并定容至刻度,摇匀,为原液。取原液 1 mL 置 10 mL 量瓶中,用 50% 甲醇定容至刻度,摇匀,并以 0.45  $\mu$ m 滤膜滤过,作供试液用。

2.3.3 空白供试液的制备: 按 2.3.1化斑口服液的制备法,处方中除去赤、白芍后的其余药物依法制备,制成空白供试液

2.4 芍药苷的 TLC 检视<sup>[3]</sup>: 薄层板: 硅胶 G-CMC-Na 板,点样: 取批号 1 供试品原液及对照液各 10  $\mu$ L,展开剂: 氯仿-甲醇-乙酸乙酯(8:4:1),显色剂: 10% 硫酸液。置氨蒸气饱和和下展开后烘数分钟,置紫外光灯(365 nm)下检视,样品色谱与对照品色谱在相应位置上,显相同颜色的斑点,另两个批号显相同的结果

2.5 色谱条件: 色谱柱 Spherisorb C<sub>18</sub> 5  $\mu$ m,柱长 25 cm,内径 4.6 mm,流动相 50% 甲醇,检测波长 225 nm,流速 0.8 mL/min,柱前压 12 MPa,进样 10  $\mu$ L,芍药苷色谱峰保留时间 4.69 min,供试品在同一保留时间有同样的峰,而空白对照无此峰

2.6 标准曲线的制备: 取芍药苷对照液(51.6  $\mu$ g/mL) 0.3, 0.6, 0.9, 1.0  $\mu$ L,测定峰面积。

回归方程  $Y = 872.5X - 8.056(\mu\text{g})$ ,  $r = 0.9994$

2.7 精密度试验: 取上项 4号对照液,分别进样 10  $\mu$ L,共 6次,测得峰面积为 99 270,  $RSD = 1.56\%$  ( $n = 6$ )

2.8 加样回收试验: 精密量取供试液(含芍药苷 15.24  $\mu$ g/mL),分别精密加入芍药苷对照液(10.43  $\mu$ g/mL),混匀后进样 10  $\mu$ L,测得加样回收率为 100.8%,  $RSD = 1.6\%$  ( $n = 6$ )

2.9 供试品测定: 取供试品液,进样 10  $\mu$ L,按外标法,由回归方程计算含量,结果见表 1

表 1 化斑口服液芍药苷比较

| 批号 | 澄清剂 | 峰面积     | 含量( $\mu$ g/mL) |
|----|-----|---------|-----------------|
| 1  | 不加  | 941 920 | 120.89          |
|    | 乙醇  | 845 460 | 109.83          |
|    | 壳聚糖 | 76 765  | 97.22           |
| 2  | 不加  | 102 200 | 126.37          |
|    | 乙醇  | 77 870  | 98.48           |
|    | 壳聚糖 | 100 500 | 124.42          |
| 3  | 不加  | 96 060  | 119.32          |
|    | 乙醇  | 80 860  | 101.90          |
|    | 壳聚糖 | 74 690  | 94.84           |

## 3 讨论

3.1 用澄清剂处理过的药液与乙醇沉淀的药液及未经澄清的药液,经薄层层析检测相比较,在相同的位置上,样品与对照品有相同颜色的斑点,颜色、大小似无差别。也就是说对这一种成分影响不大

3.2 在本试验条件下,含多味中药的复方制剂中的芍药苷仍能获得较好的分离,空白样品无干扰峰,平均加样回收率为 100.8%,  $RSD$  在 2.0% 以内。

3.3 HPLC测定结果证明,壳聚糖澄清剂对芍药苷的含量与醇沉法比较无明显差异,澄清效果均较理想,证明天然澄清剂可以代替乙醇作澄清剂。对其它成分有无影响,有待进一步研究

### 参考文献

- 钱亚南,刘信顺,张先芬,等. 中草药, 1995, 26(7): 349
- 倪健,任天池. 中草药, 1995, 26(12): 637
- 刘训红,王玉玺,房克慧,等. 中药材薄层色谱鉴别. 天津: 天津科学技术出版社, 1989 90

(1999-07-20收稿)