

3.4 含量测定

- 3.4.1 标准储备液的配制:精密称取盐酸小檗碱对照品配制 $40 \mu\text{g/mL}$
- 3.4.2 标准曲线的制备:精密吸取储备液于 263 nm 处测定吸收度,回归方程为: $C(\mu\text{g/mL}) = 13.815A - 0.0018, r = 0.9999 (n = 6)$
- 3.4.3 样品测定:精密称取盐酸小檗碱栓 1粒(空白栓操作相同),置 100 mL 容量瓶中,加沸水溶解,放冷,加水至刻度,过滤,取续滤液 1.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,于 263 nm 处测定吸光度,代入回归方程计算含量。结果该栓含量为标示量的 101.22% , RSD 为 0.43% ($n = 5$)
- 3.4.4 回收率测定:在空白栓中加入一定量的盐酸小檗碱对照品测定,回收率平均值为 99.76% , RSD 为 1.63% ($n = 5$)
- 3.4.5 稳定性试验:将室温放置的样品于 0, 1, 3, 6 个月按照 3项下进行检查,结果符合规定

4 临床观察

按照卫生部新药临床研究指导原则规定的诊断标准的纳入病例及排除病例标准,设立治疗组 31 例,对照组 30例,用药前后对相关症状和体征、大便常规、细菌培养进行观察记录,按照 4级临床疗效标

准进行判断。痊愈:大便次数及性状完全恢复正常,异常理化指标恢复正常。显效:大便次数明显减少(减少至治疗前的 $1/3$ 或以下),性状好转,异常理化指标明显改善。有效:大便次数减少至治疗前的 $1/2$,性状好转,异常理化指标有所改善。无效:不符合以上标准者。

治疗组每天给药 3次,每次肛门塞入盐酸小檗碱栓 1~2枚,共给药 7d;对照组每天给药 3次,每次口服盐酸小檗碱片 1~2粒(0.1 g/粒),共给药 7d。结果治疗组痊愈率 87.1% ,显效率 3.2% ,有效率 6.5% ,无效率 3.2% ;对照组痊愈率 70% ,显效率 10% ,有效率 6.7% ,无效率 13.3% 。两组痊愈率有显著差异 ($P < 0.05$)。

5 讨论

- 6.1 盐酸小檗碱糖衣片的溶出速度较慢,不能很快发挥作用,因此目前常用其素片,但味道极苦。
- 6.2 将盐酸小檗碱制成栓剂后,可由家长将栓直接塞入肛门,剂量准确,使用方便。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典·二部, 1995: 259
- 2 中华人民共和国药典·二部, 1995附录 ID

(2000-03-08收稿)

薄层扫描法测定不同生长年限白芍中芍药苷的含量

承德中药集团有限责任公司(067000) 张雪荣

白芍是毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 的干燥根。具有养血敛阴,柔肝止痛,平抑肝阳的功效。现市场上,许多细白芍的混入,使白芍的质量显著下降。我们以芍药苷为指标,对不同生长年限,不同粗细的白芍进行了含量测定,结果显示 3年生以上、断面直径在 1 cm 以上的白芍含量显著提高。以此,可以更好地保证药材质量,保证成品疗效和芍药苷成分含量。

1 仪器与试药

CS-930型双波长薄层扫描仪(日本岛津),定量毛细管(美国),高效薄层硅胶 G板(青岛海洋化工厂),白芍(安徽亳州),芍药苷(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为 AR级。

2 实验方法

2.1 供试品溶液的制备:取一年生白芍(较细,断面直径在 0.5 cm 以下),两年生白芍(断面直径在 0.5

~ 1.0 cm),3年生以上白芍(断面直径多在 1 cm 以上),3种规格白芍精密取样 1.0 g 加 50% 乙醇 20 mL ,超声波处理 30 min 静置,上清液为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取芍药苷对照品,加 50% 乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 芍药苷的溶液,作为对照品溶液。

2.3 层析条件:吸附剂为硅胶 G;展开剂为氯仿-甲醇-水 ($30:10:1$),展开,取出,晾干,喷 5% 香草醛浓硫酸溶液,热风吹至斑点显色清晰。

2.4 扫描条件:将层析显色后的斑点于 CS-930薄层扫描仪上在可见区进行光谱扫描测定,芍药苷在 590 nm 处有最大吸收, $\lambda_s = 590 \text{ nm}$, $\lambda_R = 700 \text{ nm}$,反射锯齿线性扫描, $S_X = 5$, $\Delta Y = 0.1 \text{ mm}$ 。

2.5 线性范围考查:精密吸取上述芍药苷对照溶液,1, 2, 3, 4, $5 \mu\text{L}$,点于同一硅胶 G薄层板上,按

相应条件展开,以面积积分值为纵坐标,点样量为横坐标进行线性回归,其回归方程为 $Y=10\,628.24X+1\,250.27$, $r=0.9987$,线性范围为: $1\sim 5\mu\text{g}$

2.6 点样精密性及稳定性:定量毛细管吸取对品 $2\mu\text{L}$,点于同一块硅胶 G薄层板上,点6个点,依法展开,结果 $A=21780$,求得的 $RSD=1.17\%$,每隔 20min 对班点扫描一次,考查 2h ,积分值稳定。

2.7 加样回收率实验:取已知含量的白芍 1.0g ,精密称定,精密加入对照品适量,依法提取,点样,展开,扫描测定,计算,结果回收率为 98.7% , $RSD=3.46\%$ ($n=4$)。

2.8 样品测定:取上述1年生、两年生、3年生以上3种规格的白芍供试品,点样,并依法扫描测定,结

果见表1

表1 白芍样品测定结果

生长年限	芍药苷含量 (%) $n=3$	$RSD\%$
1年生	1.04	1.73
2年生	2.21	2.06
3年生以上	3.57	1.98

5 讨论

从实验结果可发现,1年生白芍较细,直径多在 0.5cm 以下,其芍药苷含量仅是3年生的不足 $1/3$ 而3年生白芍直径多在 1cm 以上,而且含量显著提高,这说明栽培白芍一定要保证白芍的生长年限在3年生以上,而且收获白芍时,一定除去细小的侧根及须根,从而提高生药的质量。

(2000-01-03收稿)

天然胶乳凝固剂对白坚木皮醇提取量的影响

华南热带农产品加工设计研究所 (湛江 524001) 邓瑶筠

白坚木皮醇是一种具有药用旋光活性的天然化合物〔邓瑶筠.中草药,1997,28(8):500,1999,30(10):749〕天然橡胶胶乳中含有 $1.0\%\sim 1.9\%$ 的白坚木皮醇。从胶乳中提取白坚木皮醇,首先应设法将胶乳中主要成分橡胶、蛋白质等凝固,分离出乳清。通常采用各种酸剂或微生物作为胶乳凝固剂。本研究就橡胶工业中常用的几种凝固剂及微生物可能对白坚木皮醇提取量的影响进行对比试验,以了解各种凝固剂的影响。

1 材料和方法

1.1 材料:胶乳:来源于广东省化州市国有红阳农场橡胶厂。胶乳凝固剂:醋酸、硫酸、盐酸、乳酸和天然微生物。

1.2 方法:试验设置5个凝固剂处理,即分别在5个胶乳试样中加入适宜于胶乳凝固用量(相等的pH值)的醋酸、硫酸、盐酸、乳酸和天然微生物,令橡胶成分凝固,取乳清供提取白坚木皮醇。各处理提取物经溶点检测符合白坚木皮醇参数后,其提取量即为各处理对提取量影响的结果。

2 结果和讨论

试验结果见表1。从表1可知,相同的胶乳样

品,经醋酸、硫酸和乳酸处理获得的乳清,都可以从中提取出较多的白坚木皮醇。盐酸和自然发酵凝固处理获得的乳清则未能提取出白坚木皮醇。从提取物的熔点值来分析提取物的纯度,结果是经醋酸处理的提取物纯度较高,熔点范围为 $185^{\circ}\text{C}\sim 192^{\circ}\text{C}$;乳酸处理的纯度次之,熔点为 $180^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$;硫酸处理的纯度较差,熔点为 $165^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ 。

表1 凝固剂与白坚木皮醇提取量的关系

项目	醋酸	硫酸	盐酸	乳酸	天然微生物
胶清重量 (kg)	13.665	17.255	17.042	3.364	14.568
白坚木皮醇重量 (g)	44	52	0	9.5	0
提取率 (%)	0.32	0.30	0	0.28	0

盐酸影响白坚木皮醇的机制尚不清楚。白坚木皮醇是许多微生物摄取的一种肌醇类营养物质,所以经自然发酵或受微生物污染而腐败变质的胶乳,其中的白坚木皮醇已经被微生物吸收转化。因此可以确定,醋酸是制取白坚木皮醇工艺中理想的胶乳凝固剂。盐酸和微生物都不适合用于处理生产白坚木皮醇的胶乳。研究结果表明,乳清原料的杀菌防腐是生产白坚木皮醇的首要关键措施。

(1999-12-30收稿)