

新生化冲剂质量标准的改进

邓淑渊,崔国华,叶 放

(广州白云山制药股份有限公司,广东 广州 510510)

中图分类号: R927. 11

文献标识码: B

文章编号: 0253- 2670(2001) 01- 0036- 02

新生化冲剂是由益母草、当归、桃仁、川芎和红花等 7味药组成,有活血、祛瘀和止痛的作用,主治产后恶露不行,少腹疼痛,也可试用于上节育环后引起的阴道流血,月经过多。文献报道的质量标准中^[1],第一项鉴别生物碱的沉淀反应专属性不够高,且无含量测定监控指标。本文采用薄层色谱法对益母草进行定性鉴别,用薄层扫描法对方剂中的君药益母草中水苏碱作了定量分析,能较好地控制产品质量。

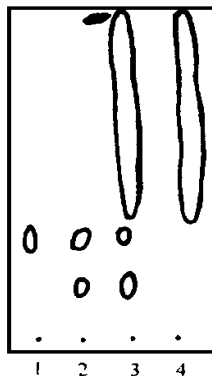
1 实验部分

1. 1 仪器与试药: CS-930型薄层扫描仪,日本岛津公司;硅胶 G 青岛海洋化工厂;盐酸水苏碱对照品和益母草对照药材,均购自中国药品生物制品检定所;新生化冲剂(990208, 990301, 990506),广州白云山制药总厂生产;其它试剂均为分析纯。

1. 2 益母草的 TLC定性鉴别: 取新生化冲剂 6 g,粗研,加乙醇 50 mL,超声提取 2 h,过滤,滤液浓缩至 3 mL,置于已处理好的中性氧化铝柱(内径 10 mm,中性氧化铝 3 g)上,用乙醇 50 mL洗脱,收集洗脱液,浓缩至 1 mL,作供试液^[2]。另取益母草对照药材 1. 5 g,用乙醇超声提取 2 h后加活性炭搅拌,按样品处理方法过中性氧化铝柱,制成阳性对照药材溶液。取盐酸水苏碱对照品用乙醇制成 5 mg/mL的对照品溶液。另取阴性对照药等量,同样品处理方法,制成阴性对照液。照薄层色谱法取上述 4种溶液各 10 μ L,点于同一硅胶 G板上,以正丁醇-盐酸水(4: 1: 0. 5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷稀碘化铋钾试液。供试品色谱与对照药材、水苏碱对照液在相应位置上显相同的橙红色斑点,阴性对照液无此斑点(图 1)。

1. 3 新生化冲剂的含量测定

1. 3. 1 色谱条件: 薄层板: 0. 5% CM C-Na的硅胶 G板,使用前于 105 $^{\circ}$ C活化 30 min;展开剂: 正丁醇-盐酸水(4: 1: 0. 5),上行展开 10 cm;显色剂: 稀



1. 盐酸水苏碱
2. 益母草药材对照
3. 供试液
4. 阴性对照

图 1 益母草 TLC图

碘化铋钾试液,显橙红色,上覆盖同样大小玻璃板,四周用胶布密封。扫描参数: $\lambda_s= 580$ nm, $\lambda_R= 700$ nm,双波长反射法锯齿扫描,狭缝 0. 2 mm $\times$ 0. 2 mm,计算峰面积。

1. 3. 2 标准曲线: 取盐酸水苏碱对照品于 105 $^{\circ}$ C烘 30 min,精密称定,用乙醇配制成 4. 15 mg/mL的对照品溶液。精密吸取 2, 4, 6, 8, 10 μ L各 3份,分别点于同一硅胶 G板上,按上述色谱条件测定。

以点样量为横坐标,斑点峰面积值为纵坐标,得一直线,线性回归方程为: $A= 10. 56 C- 85. 94, r= 0. 991$,线性范围在 8~ 40 μ g/mL。

1. 3. 3 回收率试验: 取已知含量的样品 5份,每份精密称取 3 g,分别精密加入盐酸水苏碱对照品溶液,按样品方法提取、点样、展开、显色后扫描测定。结果回收率为 97. 3%, $RSD= 2. 02\%$ 。

1. 3. 4 样品含量测定: 取本品(990208, 990301, 990506) 3批各 2包,粗研,精密称取每批各 6 g,加乙醇(30 mL $\times$ 2)超声提取 2次,每次 1 h,过滤,按定性鉴别项的样品处理方法,用乙醇定容至 1 mL,作为样品液。定量吸取样品液 6 μ L各 3份,对照品溶液 4, 6 μ L各 3份,分别交叉点于同一硅胶 G板上,按上述色谱条件展开、显色、扫描测定、计算,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果

样品批号	以盐酸水苏碱计含量 (mg/g)
990208	1. 74
990301	1. 69
990506	1. 80

1.3.5 稳定性实验:取盐酸水苏碱标准曲线项下的斑点,每隔 0.5 h 扫描 1 次。结果盐酸水苏碱峰面积值在 5 h 内基本不变, $RSD=1.24\%$ 。斑点在 5 h 内基本稳定。

1.3.6 重复性实验:取同一批号的样品,分别精密称取 5 g,共 5 份,按上述方法提取,点样,展开,显色后扫描测定各斑点, $RSD=2.25\%$ ($n=5$)。

2 讨论

2.1 在样品定量时,糖的干扰很大,所以去糖是关键。试用硅藻土,糖被大量吸附时,生物碱也被吸附

了。本文采用超声提取法^[3],效果较为理想。

2.2 薄层扫描时,背景较深,校正背景时选择测定波长为 580 nm,效果最好。

2.3 用薄层色谱法对新生化冲剂中的水苏碱进行定性、定量分析,方法简便、快捷、可靠,利于提高新生化冲剂的质量控制指标。

参考文献:

[1] 卫生部药品标准·中药成方制剂[S].第五册,1992:194。

[2] 中国药典一部[S].1995:261。

[3] 郭孝武,杨锐.不同频率超声提取对益母草总碱提出率的影响[J].中国医院药学杂志,1999,19(8):465-466。

纤维素酶在葛根总黄酮提取中的应用

邢秀芳¹,马桔云¹,于宏芬²,于喜水¹

(1. 黑龙江省中药研究所,黑龙江 哈尔滨 150040; 2. 黑龙江康尔药业股份有限公司,黑龙江 哈尔滨 150040)

中图分类号: TQ461

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)01-0037-02

葛根为豆科植物野葛 *Pueraria lobata* (Willd.) Ohwi 或甘葛藤 *P. thomsonii* Benth. 的干燥根,系常用中药。葛根在我国分布广泛,资源丰富,具有多种药理和临床作用^[1,2]。葛根中含有多种有效成分,主要为异黄酮类^[3]。近年来,纤维素酶在国外广泛应用于各领域,马田田将纤维素酶用于黄柏提取小檗碱的实验中,小檗碱的收率有显著提高^[4]。本文将纤维素酶用于葛根总黄酮的提取中,为纤维素酶在中药提取中的应用提供依据。

1 材料与药品

纤维素酶粗品(活力单位约 2 000 U/g)为海林万力达集团公司提供;葛根购于黑龙江省药材公司;葛根素对照品购于中国药品生物制品检定所;所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 酶解实验:将药材饮片粉碎约 1 cm 左右,用 3 倍量水浸泡,用盐酸调 pH4,加 0.3% 纤维素酶充分搅拌,置 40℃ 恒温水浴内保温 1.5 h。

2.2 葛根总黄酮提取工艺:见图 1。

2.3 葛根总黄酮含量测定

2.3.1 标准曲线绘制:精密称取干燥至恒重的葛根素 5 mg 于 25 mL 容量瓶中,加 95% 乙醇溶解并稀释至刻度,精密吸取 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL 置

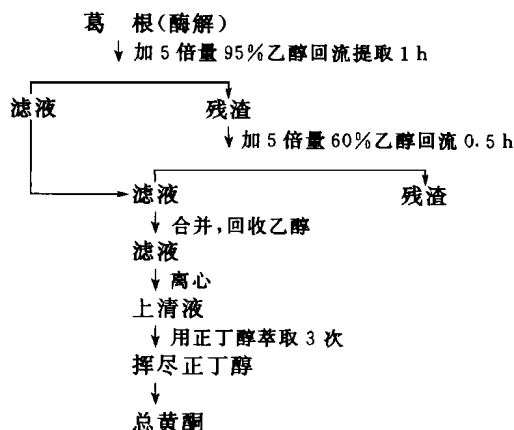


图 1 葛根总黄酮提取工艺流程图

10 mL 容量瓶中,精密加水稀释至刻度,摇匀。同时精密吸取 1 mL 95% 乙醇,加水至 10 mL 做空白对照,在 250 nm 波长处测定吸光度。回归方程: $A = -0.0544 + 0.08778C$, $r = 0.9998$ 。

2.3.2 葛根提取物中总黄酮的测定:将 2.2 中所得总黄酮精密称取一定量(相当于 20 g 生药),加 60% 乙醇溶解,置 100 mL 容量瓶中定容,摇匀,精密吸取 0.2 mL 至 50 mL 容量瓶中,加水至刻度摇匀。同时吸取 1.0 mL 95% 乙醇加水至 10 mL 的溶液做空白对照,在 250 nm 波长处测定吸光度。从标准曲线上换算出葛根总黄酮的含量。