表 1 蒸馏及煎煮工艺条件正交试验表

因素排序	加水量 A	浸提时间 B	煎煮时间 C	煎煮次数 D	蒸馏液吸光值	黄酮含量 (%)	综合评分
1	1(8倍)	1(1 h)	1(2 h)	1(1次)	0.09	0.35	35.3
2	1	2(2 h)	2(3 h)	2(2次)	0.17	0.38	47.0
3	1	3(3 h)	3(4 h)	3(3次)	0.12	0.45	45.9
4	2(10倍)	1	2	3	0.11	0.72	63.6
5	2	2	3	1	0.14	0.34	35.8
6	2	3	1	2	0.09	0.76	64.0
7	3(12倍)	1	3	2	0.16	0.52	55.6
8	3	2	1	3	0.09	0.52	47.2
9	3	3	2	1	0.14	0.41	45.5
I j	128.2	154.5	146.7	116.8			
II j	163.4	130.0	156.1	166.6	最优水平组合		
III j	148.3	155.4	137.3	156.7	A-II > III > I ,即加水 10倍		
IV j	42.7	51.5	48.9	38.9	B-III > I > II ,即浸泡 3 h		
V j	54.5	43.3	52.0	55.5	C-II > I > III ,即煮 2 h		
VI j	49.4	51.8	45.8	52.2	D-II > III > I ,即煮 2次		
Rj	14.8	8.5	6.2	16.6			

3 精制沉淀工艺的选择

我们试用乙醇沉淀法和沉淀澄清剂沉淀法,同等条件下选择自然沉降法作为对照,进行试验,结果经两两比较,醇沉与自然沉降和沉淀剂沉淀之间有显著性差异,自然沉降与沉淀剂沉淀之间无显著差异。考虑滤过、澄明度等因素选用沉淀剂法为本产品精制沉淀工艺。

4 总结

根据试验结果,确定柴金口服液的提取精制工艺为:取处方量药材,加水 10 倍量,浸泡 3 h,煎煮 2 次,每次 2 h,第一次同时收集蒸馏液适量另存。合并煎煮液,浓缩至相对体积质量为 1.08~ 1.10,加入沉淀剂,放置适当时间,离心,上清液过滤,加入重

蒸馏液、矫味剂及蒸馏水至足量,灌封,灭菌,包装,即得。

5 讨论

传统中药制剂多采用水提醇沉法制备,具有澄明度好等优点,同时具有成本高,有效成分损失大等缺点。我们利用自拟沉淀剂,进行多次试验,将沉淀剂即沉降法成功用于柴金口服液,使其更接近于传统的汤剂,有效成分含量明显提高,样品经 18 个月放置,结果稳定,临床使用疗效良好,取得满意效果。

参考文献:

- [1] 刘国杰. 药剂学 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1985.
- [2] 卫生部药品标准. 中药成分制剂 [S]. 第七册, 1993, 175.
- [3] 卫生部药品标准. 新药转正标准 [S]. 第二册, 1993, 9.

HPLC 法测定五味子糖浆中五味子乙素的含量

赵慧敏, 聂东东*

(黑龙江省鸡西市药检所, 黑龙江 鸡西 158100)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)02-0129-02

五味子糖浆是由五味子单味药材经加工制成的中药制剂,具有收敛固涩、益气生津、补肾宁心之功效,临床上常用于治疗久咳虚喘、梦遗滑精、遗尿尿频、久泻不止、自汗、盗汗、津伤口渴、气短脉虚、内热消渴、心悸失眠等症(黑龙江省药品标准, 1986年版, 48)。五味子乙素为该制剂中主要活性成分,我们采

用 HPLC法对五味子乙素的含量进行了测定,以确保药效。

1 实验仪器与试剂

高效液相色谱仪: HP1100 (美国惠普公司), 超声波清洗器 (上海必能信超声公司)。

五味子乙素购自中国药品生物制品检定所,五

味子糖浆由鸡西市人民医院制剂室提供,甲醇为色谱纯,其它试剂为分析纯

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱 ODS柱(5 μ m, 4 mm $\times$ 140 mm),流动相甲醇-水(72:28,实验选定),流速 1 mL/min,检测波长为 254 nm,进样量均为 20 μ L,分离度:3.66,理论板数按五味子乙素峰计为 2469

2.2 对照品液制备:精密称取五味子乙素对照品,加甲醇配制成 0.1 mg/mL 的对照品溶液

2.3 供试品液的制备:精密量取五味子糖浆 10 mL,减压回收至干,精密加入正己烷 20 mL,转移至具塞试管中,超声处理 15 min,过滤,精密量取续滤液 10 mL,减压回收至干。残渣加甲醇适量,超声处理使溶解,并转移至 10 mL 容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。

2.4 标准曲线的绘制:精密吸取对照品液 5, 10, 15, 20, 25 μ L,按上述色谱条件依次进行分析测定。回归方程: $Y = 3.36 \times 10^3 + 3.73 \times 10^2 X$, $r = 0.9999$,表明五味子乙素的进样量在 0.1~2.5 μ g 间与峰面积呈良好的线性关系,直线基本通过原点,故采用外标一点法计算含量

2.5 样品测定:取对照品液、供试品液各 20 μ L,分

别注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定,以外标一点法计算即得,结果见表 1

表 1 五味子糖浆中五味子乙素含量测定结果 ($n=3$)

批号	五味子乙素含量 (mg/mL)	RSD (%)
000115	0.6616	1.06
000229	0.7101	0.98
000308	0.6396	1.15

2.6 重现性实验:依样品测定步骤对同一批样品重复测定 5 次, RSD 为 1.12%。

2.7 精密密度试验:精密吸取对照品溶液 20 μ L,连续进样 6 次, RSD 为 0.97%。

2.8 加样回收率实验:精密吸取已知含量的样品液 10 mL,加入五味子乙素对照品 2 mg,按样品测定的方法进行分析,结果平均回收率为 99.38%, RSD 为 0.92%。

2.9 稳定性试验:取供试液,不同时间按样品测定的方法进行分析,结果表明吸收面积在 12 h 内基本无变化

3 讨论

3.1 提取方法的选择:经多次试验摸索以正己烷对样品的干浸膏进行超声处理后,以甲醇溶解、定容,取得了较好的效果。超声处理 15 min 后,即可将样品中的五味子乙素提取较完全。

肤康粉中胆酸的质量控制

房志仲¹,张丽艳²,焦文革³,杨金荣¹,王津燕^{1*},董伟林¹

(1. 天津医科大学药学院,天津 300203; 2. 山西省人民医院,山西 太原 030012; 3. 天津药物研究院药业公司,天津 300193)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)02-0130-02

肤康粉是适用于褥疮、外伤及烫伤感染的预防和康复的散剂,其主要成分为胆汁、白矾、三七、金银花、大黄粉、冰片等。其中胆酸(CA)具有解热、抗炎、抗过敏和抗病毒等作用,其含量测定对于研究药物的药理作用、临床疗效、合理用药和控制制剂质量等具有重要意义。

1 材料与方法

1.1 仪器、药品:日本岛津 LC-6A 高效液相色谱

仪, LC-6A 恒流泵, SPD-6 可调波长紫外检测器, CTO-6A 恒流控温箱, SCL-6B 系统控制器, VST 色谱工作站。

样品:肤康粉(天津德森保健实业有限公司);对照品:胆酸(中国药品生物制品检定所提供);试剂:甲醇为色谱纯,乙酸乙酯、盐酸、磷酸为 AR 级。

1.2 胆酸的定性鉴别

1.2.1 供试品的处理:取肤康粉 2 g,加 95% 乙醇

* 收稿日期: 2000-06-08
作者简介:房志仲, (1959-),男,本科,学士学位,副教授。
* 本校 2000 届毕业生