

见表 1。实验结果表明: 在相同的提取条件下, 青藤碱的得率开始时随碱量增加而增大, 碱量增加至 5% 时提取率基本达到最大值, 增大碱量易使产品含钙量超标, 考虑原料中青藤碱含量的差异, 选择用碱量在 7.5% ~ 10% 之间。

表 1 用碱量对提取的影响

原料量/g	50	50	50	50	50	50	50
碱量(%)	2	4	5	7.5	10	12.5	15
精品量(g)	0.50	0.74	1.02	1.04	1.02	1.03	1.03
得率(%)	1.00	1.48	2.04	2.08	2.04	2.06	2.06

3.1.2 用水量的选择: 在相同的提取条件下, 进行碱化用水量与青藤碱得率关系试验, 结果见表 2, 用水体积在原料质量的 1.8 倍时提取率达最大。

表 2 用水量对提取的影响

原料量/g	50	50	50	50	50	50	50
碱量(%)	1.0	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0	2.2
精品量(g)	0.70	0.76	0.88	0.94	1.03	1.01	0.96
得率(%)	1.40	1.52	1.76	1.88	2.06	2.02	1.92

3.1.3 碱化时间的选择: 进行碱化时间与青藤碱得率关系试验, 结果见表 3, 碱化时间对提取率几乎没有影响。

3.2 溶剂用量对提取率的影响: 实验证明: 在合适的碱化条件下, 溶剂体积大于原料质量 15 倍以上时, 提取率趋于一稳定值。故选 15 倍量为最佳溶剂用量。

表 3 碱化时间对提取的影响

原料量/g	50	50	50	50	50
碱量(%)	0.5	2	6	8	过夜
精品量(g)	1.02	1.02	1.03	1.04	1.03
精品得率(%)	2.04	2.04	2.06	2.08	2.06

3.3 精制条件的优化

3.3.1 酸度的选择: 由青藤碱制取盐酸青藤碱对, pH 值在 2.5 ~ 3.5 之间产品为白色针晶且得率高, 晶形良好。

3.3.2 密度的选择: 实验证明: 在上述酸度条件下, 溶液质量浓度为 1.10 ~ 1.05 g/cm³ 时, 结晶速度快, 晶体形状良好, 颜色洁白。

4 结论

据以上各点可得出盐酸青藤碱的最优化提取工艺为: 以 7.5% ~ 10% 的熟石灰、1.8 倍量水进行碱化, 用 15 倍量工业苯回流量提取, 所得粗品在 pH=2.5 ~ 3.5, $\rho=1.10\sim1.05\text{ g/cm}^3$ 条件下精制, 产品经 UV 法测定, 含量大于 95%。

参考文献:

- [1] 黄泰康. 常用中药成分与药理手册[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.
- [2] 张欣, 朱成玲. 青风藤治疗类风湿性关节炎 330 例[J]. 陕西中医, 1980, (5): 12-13.
- [3] 赵德化, 杨晓敏, 李再分, 等. 盐酸青藤碱的抗心律失常作用[J]. 药学报, 1985, 20(11): 856-858.

薄层扫描法测定益气养血冲剂中黄芪甲苷含量

王洪志, 刘俊红, 李棣华, 魏峻峰^{*}
(天津南开医院, 天津 300100)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)08-0703-02

益气养血冲剂是由黄芪、淫羊藿等中药制成的复方制剂, 具有益气养血的功能, 适用于肿瘤患者, 配合化疗、放疗以提高免疫, 达扶正固本。黄芪是该方君药, 药理研究表明, 其具有明显抗癌^[1]和调节免疫作用^[2]。据此, 我们测定益气养血冲剂中君药的主要成分——黄芪甲苷, 以便更好的控制其质量。

1 仪器与试药

CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津), 薄层层析用高效硅胶 G(青岛海洋化工厂), 定量毛细管(美国 Drunmond); 黄芪甲苷(中国药品生物制品检定所), 益气养血冲剂(本院制剂室提供), 其它试剂均为分

析纯。

2 薄层扫描条件

高效硅胶 G 薄层板, 102 活化 40 min 置干燥箱内备用; 展开剂: 醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(6 1 1 1)^[3]; 显色剂: 10% 硫酸乙醇溶液, 喷湿润, 于 102 加热约 5 min, 放冷, 用同样大小的玻板盖好, 四周用胶布固定; $\lambda_s=530\text{ nm}$, $\lambda_R=700\text{ nm}$ 。双波长反射锯齿扫描; 狭缝 1.2 mm × 1.2 mm; $S_x=3$ 。

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备: 精密称取黄芪甲苷对照品 5.2 mg, 用甲醇溶解定容至 10 mL 容量瓶中, 制成

1 mL 含 0.52 mg 的溶液,作为对照品溶液。

3.2 供试品溶液的制备:取益气养血冲剂约 2.5 g,精密称定,置 50 mL 具塞锥形瓶中,加甲醇(30, 20, 20 mL)超声(30, 20, 15 min)提取,滤过,合并 3 次的滤液,回收甲醇并浓缩至干,残渣加水 20 mL 使溶解,加氯仿提取 2 次,每次 15 mL,弃去氯仿液,用水饱和的正丁醇提取 3 次,每次 20 mL,合并正丁醇液,用浓氨水提取 2 次,每次 30 mL,弃去氨液,正丁醇蒸干,残渣加水约 5 mL 使溶解,放冷,通过 D₁₀₁型大孔吸附树脂柱(内径 1.5 cm,长 14 cm),以水 60 mL 洗脱,弃去水液,再用 40% 乙醇 30 mL 洗脱,弃去 40% 乙醇液,继用 70% 乙醇 60 mL 洗,收集洗脱液,蒸干,用甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶内,加甲醇至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

3.3 标准曲线和线性范围:精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 μ L, 点于同一高效硅胶 G 薄层板上,按上述条件展开,显色,扫描测定。以峰面积积分值为纵坐标,以点样量为横坐标绘制标准曲线并进行回归。结果表明,黄芪甲苷在 0.52~2.60 μ g, 之间线性关系良好。回归方程为 $Y = 6\,397.561 X + 289.875$, $r = 0.999\,2$ 。

3.4 稳定性试验:精密吸取同一供试品溶液 4 μ L, 点于高效硅胶 G 薄层板上,依法展开,显色,每隔 30 min 扫描测定一次,连续测定 6 次, $RSD = 1.24\%$ 。测定结果表明,斑点在 3 h 内稳定性良好,斑点峰面积积分值基本不变。

3.5 精密度试验:精密吸取上述黄芪甲苷对照品溶液 4 μ L, 点于高效硅胶 G 薄层板上,依法展开,显色,连续扫描测定 5 次, $RSD = 1.79\%$ 。

3.6 重现性试验:精密吸取同一供试品溶液 4 μ L, 点于同一高效硅胶 G 薄层板上,共 5 个点,依法展

开,显色,扫描测定, $RSD = 4.09\%$ 。

3.7 供试品测定:精密吸取供试品溶液 6 μ L 和对照品溶液 2, 5 μ L, 分别交叉点于同一高效硅胶 G 薄层板上,依法展开,显色后,扫描测定。结果见表 1。

表 1 供试品中黄芪甲苷的含量测定

批号	黄芪甲苷含量(mg/g)	RSD(%)
970613	0.222	3.47
970728	0.241	2.61
000403	0.414	3.70

3.8 加样回收试验:取 5 份供试品(批号 000403), 每份约 2.5 g,精密称定。每份中加入黄芪甲苷对照品溶液(0.52 mg/mL) 1 mL, 按上述方法测定。结果平均回收率为 98.3%, $RSD = 4.25\%$ ($n = 5$)。

4 讨论

4.1 对照品黄芪甲苷的点样量在高效硅胶 G 薄层板上不宜过大,小于 6 μ L 即可,否则有明显的拖尾现象。

4.2 供试品或对照品在展开,显色后,放冷,立即用同一大小的玻板盖在薄层板上,四周用胶布固定,否则含量将明显降低。

4.3 每次喷以 10% 硫酸乙醇溶液时,要根据薄层板的大小,注意每次量要尽量一致并且要均匀,防止测定结果不准确。

4.4 3 个批号的供试品含量有差异,可能是药材产地引起的,因此,在制剂方面我们要特别注意药材产地,以确保制剂的质量。

参考文献:

[1] 高观月,朱秀华. 当归黄芪对实体瘤鼠 SOD 活性的影响[J]. 湖北中医杂志, 1996, 18(6): 50.

[2] 王丽群,钟长恩,孙岚玲,等. 单味黄芪对免疫功能低下鼠免疫功能的影响[J]. 哈尔滨医科大学学报, 1996, 30(6): 516-518.

[3] 马桂荣,古梅,薄少英. 双波长薄层扫描法测定痹痛宁冲剂黄芪甲苷的含量[J]. 中草药, 2000, 31(2): 749-750.

丹皮酚复乳型凝胶的制备

姜洪芳,汪国华*

(江西中医学院药学系,江西 南昌 330006)

中图分类号:T Q 461 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)08-0704-02

丹皮酚(paeonol 简称 pae)为常用中药牡丹皮(毛茛科植物牡丹 *Paeonia suffruticosa* 根皮)的主

要活性成分^[1],具有良好的抗菌、抗炎、抗变态及解热、镇痛和降压等作用^[2]。临床上用于治疗风湿痛、