

依法制备供试品溶液;精密吸取供试品溶液 4 $\mu$  L,对照品溶液 2,4 $\mu$  L,分别点于同一硅胶 G薄层板上。以氯仿-甲醇-水(7:4:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸-乙醇溶液,90 $^{\circ}$ C烘 10 min 显色,扫描,测定,计算。结果见表 1

表 1 不同采集时间地黄药材中地黄苷 A 的含量

采集时间	地黄苷 A 含量(mg/g)
1999年 8月	1.425
2000年 8月	1.575
2001年 4月	1.563

以上结果可见,地黄中地黄苷 A 含量以干燥品计,应不低于 1.0 mg/g

### 3 讨论

3.1 地黄苷 A 对照品经 UV IR <sup>1</sup>HNM R <sup>13</sup>CNM R 光谱鉴定为环烯醚萜-2-葡萄糖苷, HPLC 归一化法测其含量 > 98%。

3.2 显色剂曾选择碘蒸汽,但碘显色需较长时间(30 min)且斑点荧光易消褪 选用 10% 硫酸-乙醇溶液 90 $^{\circ}$ C烘 10 min 显色,斑点荧光于 407 nm 处有最大吸收且扫描无干扰。

3.3 对于干燥地黄样品中地黄苷 A 含量应不低于 1.0 mg/g,对鲜地黄及熟地黄中地黄苷 A 含量变化有待进一步研究。

## 清肝颗粒制备工艺研究

刘 力,罗月琴,徐德生\*

(上海中医药大学附属曙光医院,上海 200021)

根据我院院长王灵台教授的经验方,由猫人参、黄芩、柴胡、白术等中药制成的清肝颗粒,既保持了传统汤剂作用迅速的特点,又克服了汤剂临用时煎煮不便的缺点,体积小,服用、贮藏、携带方便,具有改善肝功能,抑制丙肝病毒复制的作用,是临床治疗急慢性丙肝的纯中药制剂

### 1 仪器与试药

AEL-160 电子分析天平(日本岛津);CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津);CQ-250 超声清洗器(上海必能信超声波仪器公司);黄芩等饮片(上海徐重道饮片厂);黄芩苷(中国药品生物制品检定所);其他试剂均为分析纯;GEs<sub>4</sub> 高效板(E. Merck)

### 2 提取方法的选择

以方中黄芩的有效成分黄芩苷的含量为指标,加上白术中的挥发油,柴胡中的柴胡皂苷薄层色谱鉴别,以及清肝浸膏的干膏得率来分析清肝颗粒的提取工艺。经试验,结果表明全方以乙醇热提法,干膏得率较高,黄芩苷含量最高,并且能在薄层色谱中显示柴胡皂苷、白术挥发油的斑点。结果见表 1

### 3 正交表的设计<sup>[1]</sup>

采用正交试验,以乙醇浓度、乙醇用量、热提次数以及热提时间为因素,分别设定 3 个水平,见表 2

表 1 不同提取工艺比较

提取方法	面积积分值	干膏得率(%)	柴胡 TLC	白术 TLC
水提法	33 799.16	20.67	-	-
水提醇沉法	29 157.84	13.56	-	-
乙醇冷浸法	30 668.64	17.82	+	+
乙醇热提法	44 458.28	19.99	+	+

表 2 因素水平表

水平	因素			
	A 醇浓度(%)	B 时间(min)	C 次数(次)	D 加醇量(倍)
1	50	30	1	6
2	60	45	2	8
3	70	60	3	10

### 4 样品的制备

准确称取处方中各药味,加乙醇浸泡 0.5 h 后,按上述正交设计的条件,回流提取,滤过,滤液减压回收乙醇至无醇味,再浓缩至 100 mL,作为样品液,制得 9 份样品

### 5 考察指标的测定

5.1 干膏得率的测定:精密吸取各样品液 10 mL,置已恒重的蒸发皿中,于水浴上蒸干后,在 105 $^{\circ}$ C 干燥 3 h 至恒重,移置干燥器中冷却 30 min,称取质量,计算干膏得率(表 3)。

### 5.2 黄芩苷的含量测定

5.2.1 供试液制备:精密吸取各样品液 25 mL,真

\* 收稿日期: 2001-11-26

基金项目: 国家“九五”科技攻关课题(96-906-08-04)

作者简介: 刘 力,女,主任药师,硕士生导师,执业药师,1984年毕业于上海中医药大学,现在曙光医院中药研究室工作,从事中药新药的开发与研究 Tel 021-53825761

空干燥后拌入 2 g 硅藻土,置研钵研匀,移至具塞锥形瓶中,精密加入 20 mL 甲醇,超声提取 1 h,滤过,续滤液作为供试品溶液。

5.2.2 层析条件的选择<sup>[2]</sup>: 醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5:3:1:1)为展开剂,展距 5 cm,紫外灯下观察。在此薄层条件下,黄芩苷能与方中其他成分很好地分离。

5.2.3 扫描条件的选择: 吸取一定量对照品溶液,点样,层析,扫描,黄芩苷在 310 nm 处有最大吸收,在 210 nm 处吸光度值最小。故扫描条件为双波长锯齿型扫描, $\lambda_s=310\text{ nm}$ , $\lambda_R=210\text{ nm}$ , $S_x=3$ ,狭缝 1.2 mm $\times$  1.2 mm

5.2.4 标准曲线的制备: 精密称取黄芩苷对照品 1.1 mg,加甲醇溶解并定容至 2 mL,使对照品溶液

浓度为 0.55 mg/mL。吸取对照品溶液 1, 2, 4, 6, 8, 10  $\mu$ L,点样,层析,扫描测定峰面积,计算回归方程为  $Y=101\ 410.2X+2\ 140.77$ , $r=0.999\ 6$ ,表明黄芩苷在 0.55~4.4  $\mu$ g 线性关系良好。

## 6 试验结果

吸取一定量的黄芩苷对照品溶液和供试品溶液,点样,层析,扫描,计算即得(表 3)。

根据表 3 可知,影响干膏得率因素主要为提取次数,其次是醇浓度和提取时间,影响黄芩苷的因素主要为提取次数,其次是提取时间和加醇量。试验号 A<sub>1</sub>B<sub>3</sub>C<sub>3</sub>D<sub>3</sub> 得膏率最高,黄芩苷含量也最高,因此综合考虑,选择 A<sub>1</sub>B<sub>3</sub>C<sub>3</sub>D<sub>3</sub> 为最合适的提取条件,即用含醇量为 50% 的乙醇提取 3 次,每次 60 min,每次加醇量为生药量的 10 倍。

表 3 正交试验表

试验号	A	B	C	D	干膏得率 (%)	黄芩苷含量 (mg/g)
1	1	1	1	1	14.47	22.195
2	1	2	2	2	19.91	23.993
3	1	3	3	3	21.34	32.917
4	2	1	2	3	16.14	27.365
5	2	2	3	1	18.99	29.067
6	2	3	1	2	14.21	25.178
7	3	1	3	2	16.75	24.928
8	3	2	1	3	12.93	25.326
9	3	3	2	1	15.92	26.108
K <sub>1</sub>	55.72	47.36	41.61	49.38	79.105	72.699
K <sub>2</sub>	49.34	51.83	51.97	50.87	81.610	77.466
K <sub>3</sub>	45.60	51.47	57.08	50.41	76.362	86.912
R	3.37	1.49	5.16	0.50	1.749	3.836

验证试验: 按筛选得到的最佳工艺,分别试验 3 次,测定干膏得率和黄芩苷含量,结果干膏得率为 21.25%,黄芩苷含量为 32.271 mg/g

## 7 讨论

7.1 清肝颗粒原工艺为水提醇沉法,得膏率很低,TLC 鉴别不出柴胡皂苷及白术挥发油,为提高药

效,提高颗粒剂的质量,选择醇提水沉法。

7.2 利用方中白术、柴胡的 TLC 鉴别试验对清肝颗粒的质量鉴别起到辅助作用。

参考文献:

- [1] 周怀悟. 医药应用数理统计 [M]. 济南: 山东教育出版社, 1986.
- [2] 中国药典 [S]. 2000 年版. 一部.

# 山慈菇中秋水仙碱醇提工艺的优选

田素英<sup>1</sup>, 陈周全<sup>2\*</sup>

(1. 新兴中药学校, 广东 新兴 527400; 2. 三九医药股份有限公司研发部, 广东 深圳 518026)

目前, 全国各地使用的山慈菇商品较混乱, 它们不仅在性状、组织结构、粉末特征上存在差异<sup>[1]</sup>, 而

\* 收稿日期: 2002-01-11

作者简介: 田素英, 女, 讲师, 学士, 1992 年毕业于河南中医学院中药系, 主要从事中草药和中成药的鉴定工作, 在国家级刊物发表过数篇学术论文。Tel: 0766-2951363