

脂对葛根素产率、产量的影响见表 2。

表 2 不同树脂对葛根素产品质量的影响
Table 2 Effect of different resins on puerarin quality

树脂	葛根素含量/ %	产率/ %
AD-1	38. 08	1. 26
AD-2	32. 6	2. 25
AD-3	63. 3	1. 10
AD-4	24. 13	1. 01

由表 2 可以看出, 非极性和弱极性的吸附树脂 AD-1 和 AD-2 具有较高的比表面积, 主要靠物理吸附作用吸附葛根素, 因此具有高容量、广谱性的特点, 同时也较易洗脱。强极性树脂 AD-4 因具有强极性功能基(季胺基), 能和葛根素的酚羟基产生强烈的相互作用, 有效成分较难洗脱, 所以葛根素的纯度和产率都较低。中极性吸附树脂 AD-3 具有较低的比表面积, 但带有具有孤电子对的羰基官能团, 羰基是良好的氢键受体, 虽然吸附容量较低, 但却能与具有酚羟基的黄酮(葛根素)形成氢键作用, 从而大大提高了吸附选择性。所以对葛根素的分离来看, 中极性吸附树脂效果较好。

3 讨论

3. 1 从葛根素的分子结构来看, 有一个极性糖基(Glu) 和一个非极性黄酮母核, 这样的结构使其总体显示弱极性, 但其又具有酚羟基结构, 可以作为一个良好的氢键供体。所以, 本实验用弱极性且具有氢

键受体结构的吸附树脂, 其对葛根素具有较好的分离效果。

3. 2 吸附树脂用于葛根素的分离, 既避免了水解法所造成的葛根中其他药效成分的破坏, 又省去了传统溶剂萃取法的烦琐工艺, 仅吸附-脱附一步工艺即可得到高含量的葛根素。在简化工艺的同时, 也尽可能地保留了中药特色。

3. 3 吸附树脂分离葛根素收率高、成本低(树脂可再生, 溶媒用量少)、操作简便、易于工业化生产。

References:

[1] Guo J P, Sun Q R, Zhou Q. Advances of pharmacological studies of *Radix Puerariae* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1995, 26(3): 163-165.
[2] Duan Z G, Li H W, Xu L N. The effect of the puerarin on blood circulates round the brain of the aureate shrewmouse [J]. *Natl Med J China* (中华医学杂志), 1991, 71(9): 516-517.
[3] Zhu Q L, L X R. The advance study in pharmacological and clinical use of puerarin [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1997, 28(11): 693-696.
[4] Cui R, Lou Z B. Clinical analysis on the effect of pyrozdinum on 98 patients with coronary diseases [J]. *H er Med* (医药导报), 1996, 15(2): 64.
[5] Wen Y C. 150 patients with the cerebral thrombosis were treated with puerarin injection [J]. *Hunan J Tradit Chin Med* (湖南中医杂志), 1998, 14(3): 44-45.
[6] Pan W J, Liu Q G. Puerarin and daidzein were isolated from *Pueraria lobata* by the method of hydrolyzing [J]. *Nat Prod Res Dev* (天然产物研究与开发), 2000, 12(6): 66-69.

归脾汤片的薄层鉴别研究

张 榕, 徐 宇, 彭梦如, 胡 波*
(四川大学华西药学院, 四川 成都 610041)

古方归脾汤具益气补血、健脾养心之功效, 临床广泛用于失眠健忘、崩漏、神经衰弱等症^[1]。目前报道的剂型有丸剂、膏剂、片剂、合剂、颗粒剂、口服液等^[2~7], 但各剂型的质量控制方法仅有《中华人民共和国药典》与部颁标准中的当归、木香的薄层鉴别^[2, 7]、阿魏酸的含量测定^[8, 9]以及各剂型项下的有关规定。尽管该处方组成复杂, 但作为国家基本药物之一, 其质量控制远远不足, 亦不符合我国中药现代化的战略要求。本文报道的归脾汤片是经水煮提取、浓缩、喷雾干燥、制粒、压片而成, 工艺机械化程度

高, 大大减少了影响质量的各种因素。本实验对当归、木香等 8 味中药的 TLC 研究正是填补了归脾汤制剂质量控制中薄层鉴别方面的不足, 并在方法中选择毒性较小的溶剂, 为该制剂的质量控制提供了一个简便、有效、具环保意义的方法。

1 仪器和试剂

喷雾干燥机(L-8 型, 日本大川原化工机株式会社); 电子分析天平(METTLER AE240 型); 超声波清洗器(CQ-250 型, 上海超声波仪器厂); 薄膜浓缩仪(瑞士 BUCHI 公司); 离心机(LD-2A 型, 北京医

* 收稿日期: 2002-04-04
作者简介: 张 榕(1967—), 女(壮族), 广西武宣人, 讲师, 大学本科, 1990 年毕业于华西医科大学药学院药物化学专业, 现主要从事新药研究开发中的质量分析工作。Tel: (028) 85501399

用离心机厂);微量点样器(美国 Drummond 公司);三用紫外分析仪(ZF-1 型,上海顾村电光仪器厂);硅胶 G 预制薄层板(德国 E·Merck 公司);硅胶 G (青岛海洋化工厂,薄层色谱用);PBQ- 型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂);所用试剂均为分析纯。

当归 *Angelica sinensis*、木香 *Aucklandia lappa*、白术 *Atractylodes macrocephala*、甘草 *Glycyrrhiza uralensis*、远志 *Polygala tenuifolia*、党参 *Codonopsis pilosula*、黄芪 *Astragalus membranaceus*、酸枣仁 *Ziziphus spinosa* 药材由本院生药教研室王天志教授鉴定,制剂样品由本院提供。

2 实验方法和结果

2.1 制剂供试液 A 的制备:取制剂磨成细粉,称取 4.0 g,加醋酸乙酯 30 mL,水 10 mL,超声振荡 25 min,离心,吸取上清液,减压浓缩至干,残渣以无水乙醇 2 mL 溶解。

2.2 制剂供试液 B 的制备:取制剂磨成细粉,称取 4.0 g,加醋酸乙酯 30 mL,水 10 mL,超声振荡 20 min,离心,取水层加浓盐酸 1 mL,90 ℃ 水浴回流 1 h,冷却,加醋酸乙酯 20 mL,超声振荡 20 min,吸取醋酸乙酯层,减压浓缩至干,残渣以无水乙醇 2 mL

溶解。

2.3 药材对照液的制备:分别称取当归、木香、白术、甘草、远志、党参、黄芪、酸枣仁各药材适量,水煮 2 次,每次加水 5 倍量,煮 1 h,热滤,合并滤液,减压浓缩至一定体积,喷雾干燥,得各药材浸膏粉。分别称取各药材浸膏粉(当归 0.1 g、木香 0.1 g、白术 0.4 g、甘草 0.1 g、远志 0.1 g、党参 0.8 g、黄芪 0.2 g),依 2.1 项下方法操作,得各药材对照液。另取酸枣仁浸膏粉 0.1 g,依 2.2 项下方法操作,得酸枣仁对照液。

2.4 空白对照液的制备:依处方比例依次除去被检的 8 味药材,提取方法同药材浸膏粉的制备,分别制得各药材的空白对照浸膏粉。分别称取各空白对照浸膏粉(当归 2.0 g、木香 2.5 g、白术 2.0 g、甘草 2.5 g、远志 2.0 g、党参 1.5 g、黄芪 2.0 g),依 2.1 项下方法操作,得各药材空白对照液。另取酸枣仁空白对照浸膏粉 2.5 g,依 2.2 项下方法操作,得酸枣仁空白对照液。

2.5 各味药材的鉴别:照薄层色谱法试验^[2],分别吸取制剂供试液、药材对照液、空白对照液,点于同一薄层板上,展开,风干,检视,各药材的薄层检视条件与结果见表 1,色谱图见图 1。

表 1 归脾汤片中 8 味药材的薄层鉴别条件及结果

Table 1 Conditions and results of TLC of eight Chinese medicinal materials in Guipitang Tablets

待检 药材	片剂 供试液	点样 量/ μ L	展 开 剂	展距 /cm	显色剂及检视方法	特征斑点的 Rf 值及颜色
当 归	供试液 A	15	石油醚(60 ~ 90 ℃)-乙醚(8 : 2)	10	UV ₃₆₅	0.39, 蓝白色荧光
木 香	供试液 A	5	石油醚(60 ~ 90 ℃)-醋酸乙酯-冰醋酸(6 : 4 : 1)	10	0.5% 香草醛的硫酸-无水乙醇(4 : 1)溶液, 105 ℃ 至斑点清晰	0.48, 蓝紫色
白 术	供试液 A	3	环己烷-醋酸乙酯-丙酮(5 : 4 : 1)	10	10% 硫酸-无水乙醇溶液, UV ₃₆₅	0.35, 蓝紫色荧光
甘 草	供试液 A	3	醋酸乙酯-甲醇-水(7 : 2 : 1)	10	10% 硫酸-无水乙醇溶液, 105 ℃ 至斑点清晰	0.60, 黄色
远 志	供试液 A	3	醋酸乙酯-甲醇-水-冰醋酸(7 : 2 : 1 : 2)	10	5% 茴香醛-无水乙醇: 10% 硫酸-无水乙醇(1 : 1), 105 ℃ 至斑点清晰	0.47, 紫红色
党 参	供试液 A	5	同“木香”	10	5% 茴香醛-无水乙醇: 10% 硫酸-无水乙醇(1 : 1), 105 ℃ 至斑点清晰	0.28, 暗绿色
黄 芪	供试液 A	5	同“甘草”	10	20% 磷钼酸-无水乙醇溶液, 105 ℃ 至斑点清晰	0.55, 蓝黑色
酸枣仁	供试液 B	1	醋酸乙酯-甲醇-水-浓氨水(7 : 2 : 0.5 : 0.5)	8	10% 硫酸-无水乙醇溶液, 105 ℃ 至斑点清晰, UV ₃₆₅	0.30, 蓝紫色荧光

2.6 不同批号及加速试验样品的考察:取不同批号的 3 批制剂样品以及在(40 ± 0.5) ℃、相对湿度 75% 加速试验条件下存放 2, 4, 6 个月的 3 批制剂样品,同法操作,均能检出相应的药材。

3 讨论

3.1 处方中 8 味药材的薄层鉴别仅用了两种制样方法,而且党参与木香、黄芪与甘草采用相同的展开剂。此外,制备用溶剂及展开剂均首选毒性相对较小

的溶剂,如石油醚、乙醚、醋酸乙酯、丙酮、无水乙醇等,而避免采用苯、甲苯、氯仿等毒性较大的溶剂,虽增加了研究的难度,却利于自我保护与环境保护。

3.2 在制备当归、木香等 TLC 样品液时用醋酸乙酯加水而不是用醋酸乙酯作溶剂,是由于前者可将不同极性的成分(挥发油、黄酮、苷类等)均提取出来;而展开剂与显色剂的选择则是根据各药材所含的不同成分的特点而定^[10],如主含挥发油的当归、

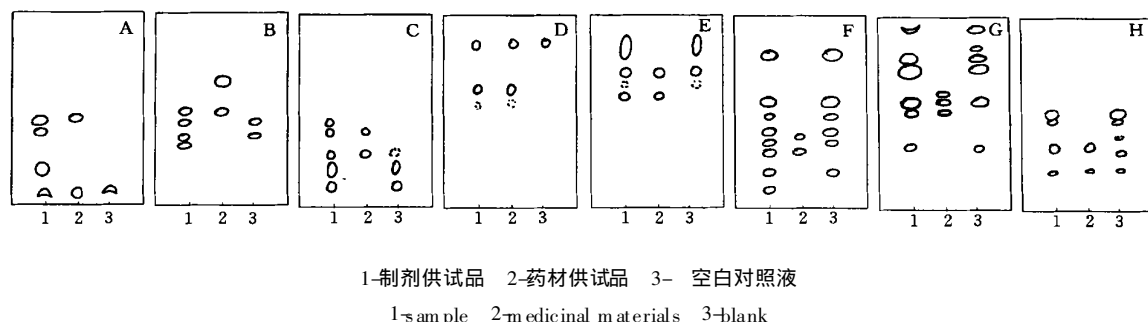


图 1 当归(A)、木香(B)、白术(C)、甘草(D)、远志(E)、党参(F)、黄芪(G)和酸枣仁(H)的薄层色谱图

Fig. 1 Chromatograms of TLC of *A. sinensis* (A), *A. lappa* (B), *A. macrocephala* (C), *G. uralensis* (D), *P. tenuifolia* (E), *C. pilosula* (F), *A. membranaceus* (G) and *Z. spinosa* (H)

木香、白术用低极性的展开剂,而甘草、远志、党参、黄芪含黄酮、苷类等成分,故选用极性较大的展开剂。

3.3 酸枣仁的展距为 8 cm 时较 10 cm 时斑点更清晰,其原因可能是斑点扩散较少。

3.4 采用以下方法避免各种因素对色谱的干扰:温度控制在 18 ~ 25 ,相对湿度为 45% ~ 60% ,并采用对照药材作分析对照。

References:

- [1] Zong Q H. *Complete Interpretation of Prescriptions of Traditional Chinese Medicine* (中医方剂通释) [M]. Vol . Shijiazhuang: Hebei Science and Technology Press, 1995.
- [2] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol .
- [3] *Drug Specifications Promulgated by the Ministry of Public Health, P. R. China—Preparation of Chinese Patent Medicine* (中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂) [S]. Vol . 1992.
- [4] *Drug Specifications Promulgated by Sichuan—Chinese Patent Medicine* (四川省药品标准·中药成方制剂) [S]. Chengdu: Sichuan Science and Technology Publishing House.

- [5] *Drug Specifications Promulgated by the Ministry of Public Health, P. R. China—Preparation of Chinese Patent Medicine* (中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂) [S]. Vol . 1993.
- [6] Dai S W, Zhang W M, Wang X P, et al. Pharmacodynamic study of Guipi Granules [J]. *Tradit Chin Drug Res Clin Pharmacol* (中药新药与临床药理), 1999, 10(3): 175.
- [7] *Drug Specifications Promulgated by the Ministry of Public Health, P. R. China—Preparation of Chinese Patent Medicine* (中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂) [S]. Vol . 1994.
- [8] Liu F, Huang W P. Determination of ferulic acid in Guipi Pills [J]. *Henan J Tradit Chin Med Pharm* (河南中医药学报), 1996, 11(1): 23.
- [9] LI G Q, Liu Z H, Hou J L, et al. Determination of ferulic acid in Guipi Pills (concentrated pills) by TLC scanning [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1991, 13(3): 15.
- [10] Zhang G J, Xu G J, Ji J Y, et al. *Complete Collection of Identification of Chinese Materia Medica in Common Use* (常用中药鉴定大全) [M]. Haerbin: Heilongjiang Science and Technology Publishing House, 1993.

冠心苏合丸粉碎工艺的研究

赵 伟,丛培臣,么淑芬*

(哈药集团世一堂制药厂,黑龙江 哈尔滨 150088)

冠心苏合丸是我厂蜜丸类主要品种之一,疗效确切,在市场上十分畅销。冠心苏合丸由乳香、青木香、檀香、冰片、苏合香油组成,其中乳香是树脂类药物,粉碎难度大,造成出粉时间过长,出粉率低,供应上出现断档现象。为此我们专门对这一难题进行攻关,经过多次的摸索和实践,终于解决了这一生产中存在的难题,该成果分别在哈尔滨市和黑龙江省获

奖。我们通过对粉碎工艺的改进,不但缩短了每批药的粉碎时间,而且出粉率有了很大的提高,给工厂带来了显著的经济效益。

1 乳香最佳粉碎条件的选择

我们选择冷冻温度、冷冻时间及粉碎时间 3 个因素,以 $L_9(3^4)$ 正交设计进行试验,其因素水平见表 1,结果见表 2,进行统计学处理,得方差分析见表 3。

* 收稿日期: 2002-05-08

作者简介: 赵 伟(1969—),男,黑龙江海伦县人,工程师,1991年毕业于黑龙江中医学院中药系,在哈药集团世一堂制药厂从事技术工作。Tel: (0451) 4105612-8503