

表 3 方差分析表

Table 3 Analysis of variance

方差来源	自由度	离均差平方和	方差	F 值	P 值
A	3	1 234.25	411.42	26.12	$P < 0.05$
B	3	40.33	13.44	0.853 4	
C	3	127.92	42.64	2.707 3	
D	3	68.35	21.12	11.341	$P < 0.05$
E (误差)	4	62.99	15.75		

$$F_{0.05}(3, 4) = 9.12 \quad F_{0.01}(3, 4) = 28.7$$

次,每次 0.5 h,醇沉两次,每次使醇沉浓度达到 50%,再加入 8 倍量的水,即 A₁B₁C₁D₁ 为最佳提取条件。通过正交试验结果直观分析,由 R 值可看出,影响因素由大到小依次为 A>C>D>B。由方差分析结果看出,煎煮时间和醇沉浓度对试验指标影响

差异具有显著意义,回流时间和加水量影响较小

2.5 验证试验:按优选的最佳工艺条件,制备 3 批样品,测定复方当红注射液中阿魏酸含量,结果为 58.78 μg/mL。

3 讨论

通过优化试验,筛选出最佳提取工艺,既节省了煎煮时间又节约了乙醇的用量,降低了成本,适合医院内制备及使用。

References

- [1] Gu M, Zhang L, Zhang Z X. Determination of ferulic acid in Xiaoyao Powder and *Radix Angelicae Sinensis* by HPLC [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2000, 22(5): 342.

HPLC法测定甘草中甘草素、异甘草素、甘草苷的含量

何三民¹,石森林^{2*}

(1. 金华市中心医院,浙江 金华 321000; 2. 浙江中医学院,浙江 杭州 310053)

《中华人民共和国药典》2000年版一部收载有甘草 *Glycyrrhiza uralensis* Fisch.、胀果甘草 *G. inflata* Bat.、光果甘草 *G. glabra* L. 3个种。为了保证临床疗效,本实验对甘草中甘草素、异甘草素、甘草苷的含量进行了比较。

1 仪器与材料

Waters 高效液相色谱仪, Lambda2 紫外可见分光光度计 (PE), Mettler AE 163 电子分析天平。乙腈、二水醋酸、甲醇均为分析纯,水为重蒸水。

甘草购自浙江中医学院实验药厂,胀果甘草和光果甘草均购自浙江省金华市医药站药材公司。甘草素、异甘草素、甘草苷(自制,均经光谱学鉴定,采用面积归一化法测得其纯度分别为 98.05%, 98.13%, 98.12%)。

2 方法与结果

2.1 供试液制备:取甘草粉末(60目)约 100 mg,精密测定,置微型索氏提取器中加甲醇 10 mL 回流 2 h,回流液于 70℃ 水浴回收甲醇,浓缩至约 2 mL,放冷后转移至 5 mL 容量瓶中,甲醇稀释并定容至刻度,混匀后滤过,弃去初滤液,即得。

2.2 对照品溶液制备:分别精密称得甘草苷、甘草素、异甘草素对照品 2.00, 0.80, 0.25 mg,置 2 mL

容量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,摇匀后即得。

2.3 色谱条件:色谱柱: Zorbox ODS (150 mm × 4.6 mm) (Dupont); 柱温: 25℃; 流速: 1 mL/min; 流动相: 乙腈-5% 醋酸梯度洗脱,安排见表 1。

表 1 色谱条件

Table 1 Chromatographic conditions

时间 /min	流动相		检测波长 /nm
	乙腈	5% 醋酸	
0.0~12.0	20	80	310
12.0~15.0	50	50	365
15.0~25.0	80	20	365

2.4 标准曲线制备:用微量注射器分别吸取 1.0, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0 μL 的混合对照品溶液,进样测定。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标作图,得回归方程、相关系数和线性范围。甘草苷: $Y = 83.45X + 2.23$, $r = 0.9993$, 0~10 μg; 甘草素: $Y = 87.31X - 0.25$, $r = 0.9991$, 0~4.0 μg; 异甘草素: $Y = 685.13X - 0.21$, $r = 0.9995$, 0~1.25 μg。

2.5 精密度试验:精密吸取 3 种对照品的混合液,每次 10 μL,连续进样 6 次,测定峰面积,计算得甘草素、异甘草素、甘草苷 RSD 分别为 1.38%, 1.37%, 1.91% ($n = 6$)。

2.6 稳定性试验:分别在样品制备后 1, 2, 4, 8, 16h

* 收稿日期: 2003-02-18

基金项目: 国家科技部创新博士基金 (96-901-06-75)

作者简介: 何三民 (1963-), 浙江义乌人, 浙江省金华市中心医院药剂科中医师, 主要从事中药医院制剂研制。Tel (0579) 2338512-739

吸取供试液,测定甘草素、异甘草素、甘草苷含量, RSD分别为 1.98%, 3.21%, 2.31% (n= 3)。

表 2 回收率试验结果

Table 2 Result of recovery test

名称	加入量	回收量	回收率	平均回收率	RSD
	/mg	/mg	%	%	%
甘草苷	1.060	1.055	99.5	97.4	1.45
	1.059	1.052	99.3		
	1.063	1.050	98.8		
	1.590	1.547	97.3		
	1.601	1.551	96.9		
	1.595	1.523	95.5		
	2.385	2.278	95.5		
	2.374	2.301	96.9		
	2.401	2.324	96.8		
	0.820	0.827	100.9		
甘草素	0.813	0.801	98.5	98.6	1.47
	0.821	0.816	99.4		
	1.230	1.176	95.6		
	1.226	1.182	96.4		
	1.234	1.203	97.5		
	1.845	1.862	100.9		
	1.852	1.831	98.9		
	1.847	1.840	99.6		
	0.250	0.252	100.7		
	0.254	0.243	95.7		
异甘草素	0.251	0.246	98.0	98.6	1.46
	0.375	0.373	99.5		
	0.370	0.361	97.6		
	0.372	0.360	96.8		
	0.563	0.568	100.8		
	0.562	0.561	99.8		
	0.565	0.559	98.9		

2.7 回收率试验: 分别取甘草素、异甘草素、甘草苷对照品适量,加入到已知含量的甘草粉末中,按 2.1 项下方法制备供试液,计算回收率。结果见表 2

2.8 样品测定: 精密吸取样品液 10 μ L,进样,外标两点法测定,计算含量,结果见表 3

表 3 甘草中成分的含量测定 (n= 3) %

Table 3 Assaying of active constituents in *Radix Glycyrrhizae* (n= 3) %

品 种	批 号	甘草苷		甘草素		异甘草素	
		含量	RSD	含量	RSD	含量	RSD
甘 草	1	3.649	1.15	0.141	2.95	0.125	1.87
	2	3.214	1.56	0.156	2.14	0.118	2.68
	3	2.918	1.98	0.163	1.58	0.121	2.32
胀果甘草	1	0.595	2.13	0.034	1.76	0.018	2.38
	2	0.543	2.91	0.039	2.26	0.014	1.54
	3	0.556	1.76	0.028	1.96	0.021	2.41
光果甘草	1	0.485	1.17	0.021	1.12	0.023	2.36
	2	0.532	1.84	0.031	1.84	0.026	1.76
	3	0.451	1.69	0.026	2.25	0.015	2.11

3 讨论

3.1 对甘草中甘草素等黄酮类成分提取: 实验比较了甲醇热回流、乙醇热回流、乙醇冷浸、甲醇冷浸 4 种方法,结果提取效率差别较大,甲醇热回流对甘草素等提取率较好,故选择该法制备样品液。

3.2 对流动相的选择: 实验比较了甲醇-水、甲醇-醋酸-水、乙腈-醋酸-水的不同比例和梯度洗脱系统,结果发现乙腈-5% 醋酸水溶液的效果最好。

红花籽油口服乳剂的制备

严海泓¹,杨金荣²,房志仲^{2*}

(1. 中国医学科学院血液病医院 药剂科,天津 300020; 2. 天津医科大学药学院,天津 300070)

红花籽油系菊科植物红花 *Carthamus tinctorius* L. 的种子提取的油。主要成分为亚油酸(含量高达 73%~ 85%), 亚麻酸、油酸、磷脂、维生素等。具有降低胆固醇、稳定血压、增进体质、促进微循环、恢复神经功能^[1]。此外, 不饱和脂肪酸,特别是亚油酸、油酸、亚麻酸和花生四烯酸具有抑制肿瘤生长作用,有良好的食用价值和辅助治疗作用^[2,3]。为开发红花籽油新剂型和探索新用途,本研究将红花籽油制成口服乳剂,对影响因素进行了考察。

1 仪器与材料

JRJ-300-I型剪切乳化搅拌机(上海标本模型厂), DS200高速组织捣碎机(江苏江阴周庄科研仪器厂), LD50-10型离心机(北京医用离心机厂); 红花籽油为天津市云峰营养保健品公司提供,吐温 20 吐温 80 司盘 80 卵磷脂均为药用级。

2 方法与结果

2.1 红花籽油亲水亲油平衡(HLB)值的确定

2.1.1 乳剂的制备: 根据乳化剂的 HLB 值具有加和性^[4],以吐温 80 与司盘 80 不同的比例组合,组成 HLB 值 8~ 15 的一系列复合乳化剂。取乳化剂 1份

* 收稿日期: 2003-01-22