

果不含马钱子的疏风定痛阴性液紫外光谱在 250~280 nm 近似为一次曲线吸收,其一阶导数光谱为接近零的一条直线,因此对疏风定痛丸求一阶导数光谱可以去除其他 14 味中药的干扰。又马钱子中另一成分马钱子碱在 264.2 nm 处有一最大吸收峰,为一拐点,在 264.2 nm 处求其导数值为零,而土的宁在 264.2 nm 处的一阶导数值为其在 267 nm 处最大值的 85%,所以在 264.2 nm 处求一阶导数值可以去除马钱子碱的干扰。本实验选择在 264.2 nm 测定疏风定痛丸中土的宁的含量。

2.5 标准曲线绘制:精密吸取土的宁对照液 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 0.5 mol/L 硫酸液稀释至刻度,摇匀,分别测得在 264.2 nm 处的导数光谱值。以导数光谱值对浓度值作曲线,回归方程为 $Y = -59.03X + 0.0054$, $r = 0.9999$,线性范围为 0~0.182 mg/mL。

2.6 加样回收率试验:精密量取 5 份样品,精密加入土的宁对照品适量,测定,得平均加样回收率为 97.6%, $RSD = 1.2\%$ 。

2.7 含量的测定结果:以 0.5 mol/L 硫酸液做空白,在 264.2 nm 处测定一阶导数光谱值,结果见表 1。

2.8 对比试验:对批号 20010606 的疏风定痛丸(实际投料量为 4.20 mg/丸)分别采用两种方法进行土的宁含量测定,结果见表 2。表明导数光谱法具有用时少、用量省、减少过程损失的优点。

3 讨论

表 1 疏风定痛丸中土的宁含量测定结果 (n= 3)

Table 1 Content of strychnine in Shufeng Dingtong Pill (n= 3)				
批 号	取样量 /g	$ dA/d\lambda $	土的宁含量 / (mg·丸 ⁻¹)	RSD /%
20010606	5.000 0	0.007 8	4.19	1.95
20020429	5.002 5	0.008 0	4.30	0.81
20020526	5.004 8	0.007 1	3.85	1.56
20020527	4.999 0	0.006 8	3.68	1.36

表 2 对比实验结果 (n= 3)

Table 2 Comparison of two methods (n= 3)			
测定方法	实验用 时 /h	试剂用量 /mL	土的宁含量 /(mg·丸 ⁻¹)
HPLC	4	氯仿 (130), 正己烷 (237.5), 二氯甲烷 (237.5)	1.60
导数光谱法	1	氯仿 (60)	4.15

本实验采用导数光谱法直接测定疏风定痛丸中土的宁含量,结果准确,简便快捷,减少杂质干扰,可作为疏风定痛丸的定量分析方法。

实验中还采用 HPLC 法进行跟踪对比,结果表明导数光谱法测定结果与实际投料量相符,而 HPLC 法的测定结果偏低;导数光谱法还具有节省试剂、时间、减少过程量损失的优点。依据实验结果,导数光谱法可以作为企业内控标准来执行,以利于控制产品质量。

References

[1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol II .
[2] Li S Z, Wang C H. Determination of strychnine in Yao-tongning Capsule by differential coefficient spectrum method [J]. Chin Tradit Pat Drug (中成药), 1989, 11(10): 12.

复方鱼腥草合剂提取工艺研究

赵 萍¹, 滕惠丽^{2*}

(1. 浙江尖峰药业有限公司, 浙江 金华 321000; 2. 杭州尖峰德康药业有限公司, 浙江 杭州 311422)

复方鱼腥草合剂是根据复方鱼腥草片剂改而成,由鱼腥草、黄芩、板蓝根、连翘、金银花 5 味药组成,具有清热解毒之功能,临床上主要用于外感风热引起的咽喉疼痛,急性咽炎、扁桃体炎有风热证候者。鱼腥草、连翘、金银花 3 味药材均含有挥发油,且为活性成分,可以用蒸馏法提取挥发油,其他水溶性成分如绿原酸等,可用水煎煮提取。黄芩、板蓝根含有黄酮、靛蓝、靛玉红及多种氨基酸等,均溶于水,可

用水为溶媒,煎出其活性成分^[1]。

1 挥发油提取条件研究

1.1 鱼腥草挥发油提取试验:鱼腥草挥发油中的主要活性成分有鱼腥草素(即癸酰乙醛)、甲基正壬酮等,其水溶性成分有芦丁、绿原酸等,其中癸酰乙醛为主要活性成分,具有较强的抗菌、抗病毒作用。本实验取处方量(245 g)鱼腥草,加 10 倍量水蒸馏,分别在蒸馏后 1, 2, 3, 4, 5, 6 h 收集蒸馏液,采用薄层

* 收稿日期: 2002-11-08

色谱法,以甲基正壬酮为对照品,检测蒸馏液中的挥发油,以品红亚硫酸钠试液检测鱼腥草素,结果 5 h 以上时,薄层鉴别和理化鉴别均呈阴性 说明蒸馏 5 h以上时,蒸馏液中基本上不能检出鱼腥草挥发油,表明 4 h内挥发油即可提取完全

1.2 连翘、金银花挥发油提取试验:连翘中主要含有连翘苷、连翘醇苷、熊果酸等,其中连翘醇苷 A、B、C均具有明显抗菌活性,其挥发油中含有 α 侧柏烯、α 蒎烯、芳樟醇等,也具有较强的抗菌、抗病毒作用;金银花主要含有绿原酸和异绿原酸,为抗菌活性成分,其挥发油中主要有芳樟醇、丁香酚等,亦有抗菌、平喘镇咳等明显药理作用^[1]。

取处方量的连翘 (25 g)、金银花 (25 g),加 10 倍量水蒸馏,分别在蒸馏后 1, 2, 3, 4, 5, 6 h收集蒸馏液。各取 10 mL,分别置蒸发皿上,挥干乙醚,残渣各加 1% 香草醛硫酸液 2滴,检测挥发油。结果 5 h 以上时,理化鉴别呈阴性 说明蒸馏 5 h以上时,蒸馏液中基本不能检出连翘、金银花挥发油。表明 4 h内挥发油即可提取完全。

故拟定挥发油提取工艺:取处方量鱼腥草、连翘、金银花 3味药材加 10倍量水蒸馏 4 h,收集挥发油

为了进一步提取药材中的水溶性活性成分,将蒸馏药液过滤,其水溶液另器保存,药渣加水适量,煎煮 1 h,煎煮液与蒸馏后的水溶液合并,滤过,另器收集。

2 水溶性成分提取条件研究

黄芩具有清热燥湿、泻火解毒等效,含有多种黄酮类衍生物,其中黄芩苷具有抗菌、解热、抗变态等作用。板蓝根具有清热解毒、凉血利咽、消肿之功效,含有靛蓝、靛玉红、菰蓝苷、β-谷凉甾醇、多种氨基酸等,以上成分均具有水溶性,因此采用水煎煮提取法^[2]。为了综合考察各个因素对药材提取的影响情况,摸索最佳工艺参数,本实验采用正交设计试验,由于成品质量标准中含量测定指标为黄芩苷,同时考虑到其他活性成分的提取,故以出膏率和黄芩苷含量两项指标综合评分的方法

2.1 因素水平的制定:药材提取过程中的影响因素有加水量、煎煮时间、煎煮次数、醇沉浓度等,经分析比较,选取加水量 (A)、煎煮次数 (B)、煎煮时间 (C)为主要影响因素,因素水平见表 1

2.2 含量测定方法^[3]

2.2.1 色谱条件与系统适用性试验:用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,甲醇-水-磷酸 (47∶53∶0.2)

表 1 因素水平表			
Table 1 Factors and level			
水平	因 素		
	A 倍	B 次	C /h
1	11	1	1.5
2	13	2	2.0
3	15	3	2.5

为流动相,检测波长为 280 nm 理论塔板数按黄芩苷计,应不低于 2 500

2.2.2 对照品溶液的制备:精密称取在 60℃真空干燥 4 h的黄芩苷对照品适量,加甲醇制成 60μg/mL的溶液,作为对照品溶液

2.2.3 供试品溶液的制备:取黄芩提取浸膏适量的精密称定,用 70%乙醇移至 50 mL量瓶中,加 70%乙醇稀释至刻度,摇匀,即得

2.2.4 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL,分别注入液相色谱仪,外标两点法测定

2.3 正交试验结果及结果分析:按照 3因素 3水平,进行试验,结果见表 2

表 2 L ₉ (3 ⁴)正交设计试验结果							
Table 2 Results of L ₉ (3 ⁴) orthogonal test							
试验号	A	B	C	D (误差)	出膏率 (%)	黄芩苷含量 /mg·mL ⁻¹	综合 评分
1	1	1	1	1	20.36	4.03	59.99
2	1	2	2	2	27.34	5.78	83.73
3	1	1	3	3	32.12	6.98	100.00
4	2	1	2	3	22.68	4.36	65.73
5	2	2	3	1	31.44	6.92	98.63
6	2	3	1	2	26.01	5.63	80.79
7	3	1	3	2	25.94	4.50	70.99
8	3	2	1	3	24.12	5.06	73.50
9	3	3	2	1	28.04	5.96	86.15
I	243.72	196.71	214.28	244.77			
II	245.15	255.86	235.61	235.51			
III	230.64	266.94	269.62	239.23			
R	14.51	70.23	55.34	9.26			

对试验结果的每项指标采用加权评分方法进行分析,黄芩苷含量比出膏率重要,因此权重系数分别取为 0.6和 0.4,分别把两项最好的指标定为 60分和 40分,综合评分为 100分。在统一标准下加权评分:出膏率 $Y_1 = (Y_i \div 32.12 \times 100) \times 0.4$,黄芩苷含量: $Y_2 = (Y_i \div 6.98 \times 100) \times 0.6$,把每项指标分析结果进行综合,得综合评分 = $Y_1 + Y_2$ 对上述试验进行方差分析,结果见表 3

方差分析表明,因素 A为次要因素,可根据生产实际情况确定加水量;因素 B、C影响差异具有显著性。从生产实际考虑,煎煮 3次能耗较大且易煎出更多杂质,给后期分离带来困难,煎煮次数选择 2次

较为合适 因此,最佳工艺为水煎 2次,煎煮时间为 2.5 h,第一次 1.5 h,第二次 1 h

表 3 方差分析表

Table 3 Variance analysis

方差来源	离均差平方和	自由度	方差	F值	显著性
A	42.63	2	21.31	2.94	
B	950.41	2	475.20	65.64	$P < 0.05$
C	519.35	2	459.68	35.87	$P < 0.05$
D(误差)	14.47	2	7.24		

$F_{0.05(2,2)} = 19.00$ $F_{0.01(2,2)} = 99.00$

3 讨论

通过以上试验,复方鱼腥草合剂药材提取的最佳工艺为取鱼腥草、连翘、金银花蒸馏提取 4 h,其药渣加水适量,煎煮 1 h,煎煮液和蒸馏后的水溶液合并,滤过,另器保存备用;黄芩、板蓝根加水煎煮两次,第一次 1.5 h,第二次 1 h,合并煎液,滤过,滤液与上述备用液合并。

根据以上确定的最佳工艺条件,连续试制了 3 批样品,结果见表 4

表 4 复方鱼腥草合剂中黄芩苷测定

Table 4 Content of scutellarin in Compound Yuxingcao Mistura

批号	黄芩苷含量 $/(mg \cdot mL^{-1})$
990419	2.5
990421	2.4
990423	2.3

结果均符合规定(标准规定为 1.5 mg/mL),说明该工艺稳定可行。

References

[1] Huang T K. *Handbook of Composition and Pharmacological Action of Commonly-used Traditional Chinese Medicine* (常用中药成分与药理手册) [M]. Beijing: China Medico-Pharmacological Sciences and Technology Publishing House, 1994.
[2] Gao W H, Li J, Qian J, *et al.* Optimizing of decoction process of *Radix Scutellariae* by orthogonal test [J]. *J Beijing Univ Tradit Chin Med* (北京中医药大学学报), 1998, 21(4): 40-41.
[3] Zhao P. Determination of baicalin in Compound Yuxingcao Mistura by HPLC [J]. *Tradit Chin Herb Drugs* (中草药), 2002, 33(6): 516-517.

山东药圣生物科技(平邑)有限公司荣誉推出“药圣 1+1[®]天然澄清剂”

“药圣 1+1[®]天然澄清剂”主要用于:1. 传统中药“水提醇沉”工艺中乙醇的替代;2. 传统中药提取物(如银杏叶干浸膏、山楂叶黄酮、叶绿素等)工艺中有机溶媒的水溶媒替代;3. 中药水针、粉针、冻干粉针的澄清处理;4. 无菌、无热原的中医药原料、生化原料澄清处理;5. 中草药、生化药品、保健食品、口服液、果汁、茶饮料、啤酒等产品的澄清处理;6. 氨基酸类、维生素类、有机酸类、抗生素类发酵液的澄清处理;7. 对重金属污染的工业废液(水)及其他工业废水的澄清处理;8. 对出口食品、药品、药材、保健品重金属农药残留超标的有效处理。

收得率分别提高 30%~10 倍;含量提高 10%~50%;工厂成本下降 30%~80%;还生产硫酸软骨素、黄连素系列、注射用黄芩苷(95%),双花连翘苷,银杏叶干浸膏、丹参素、丹参川芎浸膏等,以及口服级中药提取物,亦可根据客户要求生产。

地 址:山东平邑县浚河路 78 号 电 话:(0539)4088727 13355026077

传 真:(0539)4089366 四川地址:青神县用九大厦三楼

电 话(传真):(0833)8811413 13568248000 13890355787

《辽宁中医杂志》2004 年征订启事

《辽宁中医杂志》于 1958 年创刊,是综合性中医药学术月刊,统一刊号 ISSN 1000-1719/CN 21-1128/R。创刊 44 年来,深受国内外广大作者、读者的喜爱,并多次荣获中国自然科学核心期刊、中国中文核心期刊、中国生物医学核心期刊、中国中医药优秀期刊等殊荣。本刊面向基层,注重临床实践,开设名医精成、经验撷菁、博导风采、博士后驿站、临证经纬、衷中参西、壶天漫笔、方药纵横、针灸与经络、医案医话、杏林拾萃、辨证施护等栏目。适宜各级中医、中西医结合工作者和中医爱好者阅读。欢迎广大读者订阅。本刊为大 16 开本,内文 88 页,每册定价 5.00 元,半年 30.00 元。国内代号 8-87,国外代号 M530。

地 址:沈阳市崇山东路 79 号 邮 编:110032 电 话:(024)86237420,(024)86237937

传 真:(024)86285283,(024)86285583 E-mail: lntcm@21cn.com