

3 结论

由上述结果分析得出,玉米须总黄酮的乙醇提取最佳工艺为:乙醇浓度 60%,料液比 1:30,水浴温度 80℃,提取时间 3 h AB-8树脂对玉米须总黄酮吸附量大,易解吸,是一种理想的玉米须总黄酮吸附剂

References

- [1] Wu Z Y. *Compendium of New China (Xinhua) Herbal* (新华本草纲要) [M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Publishers, 1990.
- [2] Wang D, Guo R. Studies on diuretic action of corn silk [J]. *Nei Mongol J Tradit Chin Med* (内蒙古中医药), 1991, (2): 38.
- [3] Li W, Chen Y L, Yang M. Studies on decreasing blood sugar of corn silk [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1995, 26 (6): 305.
- [4] Ji L L, Fan Y M. Antimicrobial activities of maize silk extracts against food spoilage and food-born pathogens [J]. *Food Sci* (食品科学), 2000, 21(12): 131-134.
- [5] Joseph N N. Inhibition of *Aspergillus flavus* growth by silk extracts of resistant and susceptible [J]. *Corn J Agr Food Chem*, 1996, 44: 1982-1983.
- [6] Tang L H, Ding X L, Yiu L F. Bio-active substances from corn silk-corn silk polysaccharide (CSPS) and its immunological enhancing function [J]. *J Wuxi Univ Light Ind* (无锡轻工大学学报), 1995, 14(4): 319-324.
- [7] Ma H, Gao L. Study on effect of corn silk extract (ESM) on K562 and SGS cell [J]. *J Nanjing Univ Tradit Chin Med* (南京中医药大学学报), 1998, 14(1): 28-29.
- [8] Liang Y S, Zhang Q F. Determination of total flavonoids in *populus canadensis* mench [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1987, 7(6): 347-350.
- [9] Pan J, Chen Q, Xie H M. Performance of absorption and separation of the macroreticular resin for *Pueraria* isoflavone [J]. *Transactions Chin Society Agr Eng* (农业工程学报), 1999, 15 (1): 236-240.

解热镇痛栓的质量控制研究

石森林¹,何三民^{2*}

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

解热镇痛栓主要由茶叶、甘草、冰片等药组成,具有发汗解热、镇惊安神之功效,临床主要用于治疗小儿高热不退。为了保证药品质量,本实验进行了其质量控制方法的研究

1 试药与仪器

甘草药材由张昌禧教授鉴定为 *Glycyrrhiza uralensis* Fisch.、冰片购自浙江省金华市医药站药材公司;解热镇痛栓及缺味栓剂由浙江中医学院制剂室提供;薄层用硅胶 G(青岛海洋化工厂)。咖啡因对照品(国家麻醉品实验室提供);冰片对照品、甘草对照药材(中国药品生物制品检验所)冰醋酸、甲醇等试剂均为分析纯,水为重蒸馏水。

Waters 高效液相色谱仪,510型 HPLC 泵,UGK 型手动进样器,TCM 型柱温控制器,484型紫外检测器。G-R4R 数据处理器(日本岛津公司);Zordox ODS 色谱柱(150 mm×4.6 mm), (Dupont); Lambda 12紫外可见分光光度计(PE);Mettler AE 163 电子分析天平。

2 方法与结果

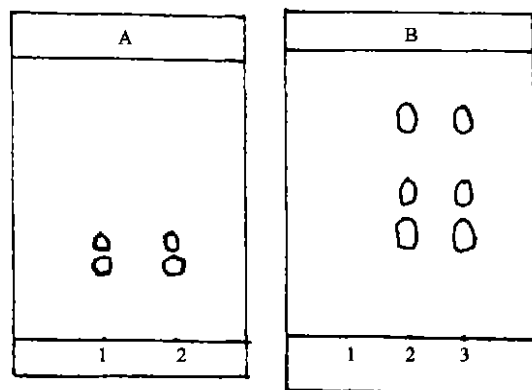
2.1 定性鉴别

2.1.1 冰片的 TLC 鉴别:取解热镇痛栓 2 粒,进行微量升华,白色升华物用乙醇适量溶解,作为供试液;另取冰片对照品适量加乙醇溶解,制成 5 mg/mL 的对照品溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述溶液各 5 μL 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚-醋酸乙酯(85:15)为展开剂,展开,取出,晾干。喷以 5% 香草醛-硫酸,热风吹 5~10 min,于日光下观察,结果见图 1-A

2.1.2 甘草的 TLC 鉴别:取本品及缺甘草阴性栓各 2 枚,剖开,内容物以适量蒸馏水溶解(超声处理),离心,滤过,滤液各以蒸馏水补足至 1 mL 作为供试液及阴性对照液;另取甘草对照药材用适量水煎煮 30 min,滤过,取 1 mL 滤液作为对照品溶液。吸取上述溶液各 5 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以醋酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(30:2:2:4)为展开剂,展开,取出,晾干。喷以 10% 硫酸乙醇溶液。在 105℃ 烘至斑点清晰,置紫外灯(365 nm)下检视,结果见图 1-B

* 收稿日期: 2003-03-15

作者简介:石森林(1971-),浙江浦江人,浙江中医学院讲师,上海中医药大学中药药剂学在职博士,从事中药新剂型、新技术及新制剂研制。Tel (0571) 86613524 E-mail pjtstone@163.com



- | | |
|------------------|----------------------------------|
| 1-解热镇痛栓 | 1-甘草阴性对照 |
| 2-冰片 | 2-解热镇痛栓 |
| 1-Jiere Zhentong | 3-甘草对照药材 |
| Suppository | 1-sample without Radix |
| 2-borneol | Glycyrrhizae |
| | 2-Jiere Zhentong Suppository |
| | 3-Radix Glycyrrhizae crude drugs |

图 1 冰片 (A) 和甘草 (B) 的 TLC 图谱

Fig. 1 TLC chromatograms of *Borneolum Syntheticum* (A) and *Radix Glycyrrhizae* (B)

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件: 色谱柱: YWG-C₁₈ (150 mm× 4.0 mm, 10^μ m)。 (大连物理化学研究所); 流动相: 甲醇-水-冰醋酸 (300: 200: 3); 检测波长: 297 nm; 流速: 0.8 mL/min; 柱温: 25℃; 灵敏度: 0.2 AUFS; 纸速: 0.25 cm/min

2.2.2 溶液的制备: 精密称定 4 mg 无水咖啡因对照品, 置 5 mL 量瓶中, 加流动相溶解, 稀释至刻度, 摇匀, 即得对照品溶液。

取栓剂 10 枚, 剖开, 小心除去外壳, 于 105℃ 干燥至恒重, 精密称量。精密称取 50 mg, 置 50 mL 锥形瓶中, 加入氯仿 20 mL (以 0.2 mol/L NaOH 水溶液饱和), 超声处理 30 min, 滤过; 将此滤纸及残余物再加氯仿 20 mL 超声处理 30 min, 滤过, 滤纸及未溶物以氯仿 10 mL 洗涤, 合并上述滤液及洗涤液, 水浴蒸去溶剂。残留物以适量流动相溶解, 置 25 mL 量瓶中, 再稀释至刻度, 摇匀, 即得供试品溶液。

2.2.3 线性关系考察: 精密吸取对照品溶液 2.5, 5, 10, 15, 20, 25 μ L 进样, 以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标作图, 进行直线回归, 回归方程为 $Y = 1649256.77 - 505539.75X$, $r = 0.9993$ 表明咖啡因在 1.8~18 μ g 有良好的线性关系。

2.2.4 干扰试验: 取缺茶叶阴性栓制备空白液, 与供试品溶液和对照品溶液分别注入色谱仪进行分析, 结果无干扰。见图 2

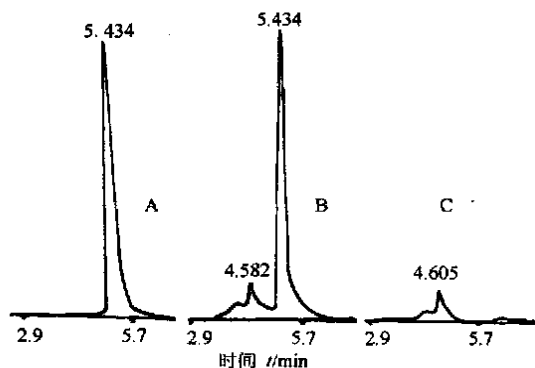


图 2 咖啡因对照品 (A)、解热镇痛栓 (B) 和缺茶叶阴性对照 (C) 的 HPLC 图谱

Fig. 2 HPLC chromatograms of caffeine (A), Jiere Zhentong Suppository (B) and sample without tea (C)

2.2.5 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 10 μ L, 连续重复进样 5 次, 结果咖啡因峰面积 RSD 为 1.26%。

2.2.6 稳定性试验: 取一份经预处理过的供试品溶液, 分别放置 0.5, 1, 2, 4, 8 h, 以 5 μ L 进样测定, 计算得咖啡因的量的 RSD 为 3.06% ($n = 5$)。表明样品在 8 h 内稳定。

2.2.7 重现性试验: 取同一批样品 6 份, 制备供试品溶液, 测得咖啡因含量为 98.23 mg/枚, RSD 为 2.20% ($n = 6$)。

2.2.8 回收率测定: 精密称取一定量的对照品 (约 50 mg) 加入已知咖啡因含量 (约 50 mg) 的试药中, 依法提取, 测定, 共测 6 份, 计算回收率, 结果平均回收率为 97.97%, RSD 为 0.90% ($n = 6$)。

2.2.9 样品测定: 精密吸取样品液 5 μ L, 平行 3 次进样测定, 采用外标 (标准曲线) 法计算测定结果, 共测 3 批, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果 ($n = 3$)

Table 1 Determination results of sample ($n = 3$)

批号	咖啡因含量 / (mg·枚 ⁻¹)	RSD/%
970825	102.14	2.11
971008	98.62	1.98
980114	100.43	1.46

3 讨论

3.1 对咖啡因的含量测定报道用薄层扫描法^[2]、双波长分光光度法^[3]、系数倍率法^[4]、高效液相色谱法^[5]等。高效液相色谱法操作简便, 重现性好, 灵敏度高, 因此选择该法测定解热镇痛栓中咖啡因。

3.2 咖啡因的检测波长有报道为 254 nm, 本实验在 200~500 nm 波长对样品及对照品进行光谱扫描, 发现两者最大吸收波长在 297 nm 附近, 因此确

定该波长为检测波长

3.3 使用了① 甲醇-水 (60:40)、② 甲醇-水-醋酸 (300:200:3)、③ 甲醇-水-醋酸 (25:70:30)和④ 乙腈-0.1% 磷酸-三乙胺 (80:919:1) 4种流动相,发现以②及④较理想,考虑到试剂价格问题,选择②作为流动相。对流动相的流速,开始采用 1 mL/min,结果保留时间不太满足,后改用 0.3 mL/min

3.4 曾用氯仿-水萃取提取咖啡因,发现有絮状物粘于器皿壁,影响萃取效果,用氯仿作溶剂进行连续提取咖啡因,时间太长。以本法提取,含量测定结果准确,平均回收率为 97.97%。对样品分析结果表明阴性对照液基本不干扰咖啡因的测定。

从实验结果来看,本法灵敏度高、稳定性好、重

现性好、精密度、回收率都较满意,因此可作为解热镇痛栓的质量控制方法

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol I .
- [2] Liu F J. Determination of caffeine in ten polyphenols by TLCS method [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1997, 28 (1): 20-21.
- [3] Ni C P. Determination of the content of caffeine in mistura caffeine et bromidi by double-wave length spectrophotometry [J]. *Northwest Pharm J* (西北药学杂志), 1994, 9(6): 248-250.
- [4] Chen H T. Determination of the content of caffeine and sodium benzoate in Zhiyilin by K-ratio spectrophotometry method [J]. *Chin J Hosp Pharm* (中国医院药学杂志), 1994, 14(9): 413-414.
- [5] He M S. Determination of caffeine in Tankejing by high-performance liquid chromatography [J]. *Chin J Hosp Pharm* (中国医院药学杂志), 1994, 14(9): 391-393.

青风藤单提及与其他药味共提对青藤碱提取率的影响

潘林梅,陈丹丹,董洁,郭立玮*

(南京中医药大学 植物药深加工工程中心,江苏 南京 210029)

一常用抗内风湿关节炎的验方中含有青风藤、雷公藤、豨草 3味中药,该方用于治疗风湿痹痛、关节肿胀等病证,临床疗效显著。青风藤为本方的君药,青藤碱为青风藤中的主要有效成分之一。为了对该方剂进行更深入地开发,本实验对青风藤药材进行了含量测定研究,并考察了该复方中青风藤单提及与雷公藤、豨草共提时的青藤碱提取率的变化,为该方提取工艺路线的制定提供依据。

1 实验材料

高效液相色谱仪: Waters 515泵, Waters 2487 可调节紫外-可见检测器, Waters U6K进样器,中国科学院大连物理化学研究所 WDL-95色谱工作站, H66025超声清洗机(无锡市超声电子设备厂)

药材均购自南京市药材公司,经南京中医药大学中药鉴定教研室吴启南副教授鉴定,青风藤为防己科植物青藤 *Sinomenium acutum* (Thunb.) Rehd. et Wils. 的干燥藤茎;雷公藤为卫矛科植物雷公藤 *Tripterygium wilfordii* Hook. f. 的干燥根及根茎;豨草为菊科植物豨 *Siegesbeckia orientalis* L. 腺梗豨 *Siegesbeckia pubescens* Makino 或毛梗豨 *Siegesbeckia glabrescens* Makino 的干燥地

上部分。

青藤碱对照品(批号 0774-9904,供含量测定用),经检测其纯度在 99% 以上,由中国药品生物制品检定所提供。

甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Kromasil 反相 C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm) (淮阴汉邦科技);流动相: 甲醇-水-乙二胺 (55:45:0.2);检测波长: 262 nm;柱温: 室温;流量: 1.0 mL/min;灵敏度: 0.5 AUFS;理论塔板数按青藤碱峰计算应不低于 2 000,在此条件下,青藤碱与其他组分达到基线分离。

2.2 对照品溶液制备: 精密称取干燥至恒重的青藤碱对照品 3.40 mg,置 10 mL量瓶中,加甲醇溶解并至刻度,即得。

2.3 线性关系考察: 取对照品溶液依次加甲醇稀释为 170, 85, 42.5, 21.25, 10.626 μg/mL, 5 μL进样,按上述色谱条件测定峰面积。以青藤碱浓度为横坐标,峰面积值为纵坐标绘制标准曲线,计算得回归方程为 $Y = 3.973 \times 10^6 X + 8720.897$, $r = 0.9999$ 表

* 收稿日期: 2003-03-26

作者简介: 潘林梅 (1971-),女,江苏扬州人,助理研究员,硕士,毕业于南京中医药大学,主要从事中药制剂及新品研发工作。

Tel (025) 6798397 E-mail plmlj@sohu.com