

少,总皂苷的溶出速率曲线依次处于上方,说明溶出速率随着颗粒粒径的变小,总皂苷溶出速率加快;当粒径为 $8.17\ \mu\text{m}$ 时,在溶出初期溶出速率突然变快;随后,随着三七颗粒的进一步细化,颗粒粒径达到 $2\ \mu\text{m}$ 时,溶出速率表现出异常,在 30 min 前,溶出速率反而小于粒径为 $8.17\ \mu\text{m}$ 的溶出速率。

2 结论

当 $d_{50} > 8.17\ \mu\text{m}$ 时,三七粉中总皂苷溶出量随着颗粒粒度的减少而增大,溶出速率依次增大;当超微细到 d_{50} 为 $8.17\ \mu\text{m}$,溶出量突然增大,溶出速率

在溶出初期突然加快,进一步超细粉碎,当 d_{50} 为 $4.24\ \mu\text{m}$ 时,溶出量达到峰值,溶出速率最大,随后逐渐减少。

颗粒粒度与有效成分的溶出效果之间有着密切关系,颗粒的超微细化可以大大提高其溶出量和溶出速率,从而提高中药有效成分的利用率,对药效快速释放、节约资源等具有重要的作用。但同时也表明在中药超微细过程中,并不是越细越好,而应控制在一定的粒度范围内进行适度粉碎,这是由中药超微粉体颗粒的特性所决定的。

薄层扫描法测定芪黄口服液中黄芪甲苷的含量

杨书良*

(哈尔滨商业大学药学院,黑龙江 哈尔滨 150076)

芪黄口服液由黄芪、黄精、穿山龙、益母草等组成,健脾补肾,活血化瘀、清+热利湿,用于治疗气阴两虚型的慢性肾炎。黄芪为君药,其主要活性成分黄芪甲苷具有明显的补气益肾作用。本实验采用薄层扫描法测定黄芪甲苷的含量,作为质量控制指标。

1 仪器与试药

岛津 CS—910 双波长薄层扫描仪;黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所);硅胶 G(薄层色谱用,青岛海洋化工厂);硅胶 G 预制板(青岛海洋化工厂分厂);试剂均为分析纯;芪黄口服液(自制)。

2 方法与结果

2.1 薄层扫描条件:选用 $510\ \text{nm}$ 为测定波长。由于薄层图谱上黄芪甲苷斑点与相邻斑点距离较近,不适于锯齿扫描,同时,因其斑点圆整、清晰,故选用线性扫描。展开剂:氯仿-甲醇-10%氢氧化钠水溶液(65 35 10)。显色剂:10%硫酸乙醇溶液。测定方式:反射法、线性扫描。

2.2 供试品溶液的制备:精密吸取本品 $10\ \text{mL}$,置分液漏斗中,以氯仿-正丁醇(2 1)萃取 4 次,第 1 次 $40\ \text{mL}$,以后每次 $30\ \text{mL}$,合并萃取液,置水浴蒸干,残渣加 2%氢氧化钾甲醇溶液溶解,并置水浴回流提取 2 h,然后再置水浴蒸干,残渣加水 $30\ \text{mL}$ 溶解,并转移至分液漏斗中以氯仿-正丁醇(2 1)萃取 4 次,第 1 次 $50\ \text{mL}$,以后每次 $30\ \text{mL}$,合并萃取液,

用 1% 磷酸二氢钾溶液 $50\ \text{mL}$ 洗涤,弃去磷酸二氢钾溶液,洗涤后的萃取液置水浴上蒸干,加乙醚脱脂 3 次,每次 $5\ \text{mL}$,弃去乙醚液,挥干,残渣加甲醇溶解,转移至 $2\ \text{mL}$ 量瓶内,稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3 对照品溶液的制备:取黄芪甲苷对照品约 $1\ \text{mg}$,精密称定,加甲醇制成 $1\ \text{mg/mL}$ 的对照品液。

2.4 线性关系考察:精密称取黄芪甲苷 $5\ \text{mg}$,置 $10\ \text{mL}$ 量瓶中,加甲醇至刻度。分别精密吸取 $1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0\ \mu\text{L}$ 点于同一硅胶 G 板,以氯仿-甲醇-10%氢氧化钠水溶液(65 35 10)下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 $110\ ^\circ\text{C}$ 烘 $5\sim 7\ \text{min}$,至斑点清晰,取出,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定,进行扫描,测定积分值。以积分值为纵坐标,黄芪甲苷质量为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程: $Y = 0.0342 + 0.9920X$, $r = 0.9991$ 。结果表明:黄芪甲苷点样量在 $0.5\sim 5\ \mu\text{g}$ 与积分值线性关系良好。

2.5 精密度试验:在同一薄层板上点 5 个相同量的黄芪甲苷对照品溶液,测定,结果积分值的 RSD 为 1.6%;在 5 块不同薄层板上点相同量的黄芪甲苷对照品溶液,测定,结果积分值的 RSD 为 2.7%。

2.6 稳定性试验:以 10%硫酸乙醇溶液喷雾,在 $110\ ^\circ\text{C}$ 烘 $5\sim 7\ \text{min}$,显色后每隔 $30\ \text{min}$ 扫描一次,结果黄芪甲苷含量的 RSD 为 2.8% ($n = 5$),表明供

试品溶液在 2 h 内基本无变化。

2.7 回收率试验:精密吸取已知含量的芪黄口服液 5 份,每份 1 mL,分别精密加入黄芪甲苷对照品溶液(1 mg/mL) 1 mL,依法测定,计算回收率。结果平均回收率为 96.32%,RSD= 1.12% ($n=5$)。

2.8 样品的测定:精密吸取供试品溶液和对照品溶液各 4 μ L,分别交叉点于同一硅胶 G 板,测定,结果批号 1,2,3,4,5 样品中黄芪甲苷含量分别为 1.32, 1.43, 1.36, 1.38, 1.40 mg/mL ($n=3$)。

3 讨论

为了有效地提取黄芪甲苷,曾选用氯仿-甲醇(1:1)、水饱和正丁醇等溶剂提取,通过大孔吸附树脂、中性氧化铝柱及中性氧化铝-活性炭柱处理,结果均不理想。因黄芪中所含黄芪皂苷有多种,其中几种与黄芪甲苷有相同的母核结构,经选用氯仿-正丁醇(2:1)萃取后,再用 2% 氢氧化钾甲醇溶液皂化处理,薄层色谱斑点清晰,消除了一般皂苷成分在薄层扫描测定时常见的干扰现象,重现性好。

一阶导数法测定消炎颗粒中黄芩苷的含量

王 雷¹, 寇 欣¹, 杨新建¹, 徐永庆², 张 喆^{2*}

(1. 天津市长征医院, 天津 300021; 2. 天津市中医药研究院, 天津 300020)

消炎颗粒是我国著名皮肤病专家边天羽教授的经验方,由黄芩、黄连、黄柏、栀子等组成,临床用于清热解毒,治疗各种炎性皮肤病,尤其是辨证治疗痤疮,疗效显著。黄芩为主药,具有抗炎、抗过敏等作用。为了更好的控制制剂的质量,本实验建立了黄芩苷含量测定的方法。

1 仪器与试药

HP—8453 紫外分光光度计(美国);黄芩苷对照品由中国药品生物制品检定所提供,消炎颗粒由本院制剂室提供,试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:精取干燥至恒重的黄芩苷对照品 10.0 mg,置 100 mL 量瓶中,甲醇溶解,并加至刻度,摇匀。吸取 0.4, 1.0, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,备用。

2.2 供试品溶液的制备:精密称取颗粒剂粉末 3 g,加入甲醇 50 mL,超声 10 min,滤过,置 50 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀。用微量取样器吸取 50 μ L 置 50 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,备用。

2.3 空白溶液的制备:按处方比例称取除去黄芩的其他药材,依照供试品溶液制备方法操作,即得。

2.4 光谱曲线的测绘:取上述 3 种溶液分别用 HP—8453 紫外分光光度计于 220~400 nm 波长测定各自的零阶导数光谱和一阶导数光谱。结果在一阶导数光谱中,供试品溶液和黄芩苷对照品溶液在

262 和 291 nm 波长处有最大和最小吸收,空白液在 240~400 nm 与基线重合,对测定无干扰,故 262 nm 波长处的振幅可作为定量信息。

2.5 标准曲线的绘制:取 2.1 项下各对照品溶液,以甲醇为空白,于 262 nm 波长处测定振幅 D_{262} ,并以 D_{262} 值对浓度 C 绘制标准曲线。结果黄芩苷在 5~40 μ g/mL 与振幅呈良好的线性关系,其回归方程为 $C=423.44 D_{262}+0.2291$, $r=0.9998$ 。

2.6 稳定性试验:取 10 μ g/mL 黄芩苷对照品溶液,于 0, 2, 4, 6, 8, 24 h 测定振幅,结果表明 24 h 内几乎不变,RSD 为 0.42%。

2.7 重现性试验:取同一批号样品 6 份,制备供试品溶液,测定其振幅值,结果其 RSD 为 0.98%。

2.8 回收率试验:取已知黄芩苷含量的消炎颗粒(含黄芩苷约 33 mg/g),加黄芩苷对照品适量,于 262 nm 波长处测定振幅,代入回归方程。结果平均回收率为 99.01%,RSD 为 0.80%。

2.9 样品的测定:制备供试品溶液,依上法测定,并计算含量。结果批号为 2002060204, 2002081803, 2002081904 样品中黄芪甲苷含量分别为 5.98, 5.20, 6.39 mg/g。

3 讨论

采用一阶导数法测定消炎颗粒中黄芩苷的含量,可以不经过复杂的分离提取,同时消除其他药物和辅料的影响,因此方法简便、快速可靠。