

利胆口服液的澄清工艺研究

陈润清

(广东省佛山市南海区九江医院 佛山 528200)

关键词:利胆口服液;薄层扫描法;澄清剂;工艺研究

中图分类号:R 284.2

文献标识码:B

文献编号:1671-4040(2006)02-0085-01

利胆口服液由黄芪、金银花、益母草等多味中药组成,具有益气、清热解毒等功能,临床用于急性胆囊炎患者。原生产工艺采用水煎醇沉法,需耗用大量酒精,成本较高,现改用澄清剂代替醇沉法工艺,取得了较好的澄清效果,为考察其对有效成分有无影响,采用 TLC 法比较了两种工艺中黄芪等的色谱有无差异,并用薄层扫描法比较了两种工艺所得产品中黄芪甲苷的含量。

1 仪器与试剂

1.1 CS9000 双波长薄层扫描仪。硅胶板,青岛海洋化工厂。黄芪甲苷对照品,中国药品生物制品检定所。

1.2 101-澄清剂及其助剂为上海沃逊生物工程有限公司生产。

1.3 抗氧化剂、防腐剂、化学试剂等均为医用和分析纯。

2 实验方法

2.1 配制 101-澄清剂溶液 将 100g101-澄清剂加到约 1 000mL 蒸馏水中,搅拌溶解,得到较透明溶液,放置过夜备用。

2.2 配制助剂溶液 将 100g 粉末助剂加到约 1 000mL 蒸馏水中,搅拌充分,制得混悬液,放置过夜备用。

2.3 供试品溶液的制备

2.3.1 利胆口服液的制备 按处方称取各药,加水煎煮 2 次,第 1 次 1.5h,第 2 次 1h,合并煎液,滤过,滤液浓缩。

2.3.2 供试液的制备 取利胆口服液 5mL3 份,分别置 3 支试管中,第 1 管不加澄清剂,第 2 管加乙醇 5mL,第 3 管加澄清剂 0.5mL,摇匀放置,各管离心 10min(3000r/min),取上清液用正丁醇萃取 4 次,合并正丁醇液,挥去溶剂,残渣加甲醇溶解,滤入 25mL 量瓶中,并用甲醇洗涤容器及滤器,滤入量瓶中并定容至刻度,摇匀,作原液。取原液 1mL 置 10mL 量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,并以 0.45 μ m 滤膜滤过,作供试液用。

2.4 黄芪甲苷的 TLC 检测 薄层板:硅胶 GCMC-Na 板;点样:取供试品原液及对照液各 4 μ L;展开剂:氯仿:甲醇:水(30:10:1);显色剂:10%硫酸乙醇溶液。在 105 $^{\circ}$ C 烘 5~7min 至斑点显色清晰,置紫外光灯(365nm)下检视,供试品色谱与对照品色谱在相应位置上,显相同颜色的黄色斑点。

2.5 黄芪甲苷的含量测定

2.5.1 实验条件 硅胶 G 板,展开剂:氯仿:甲醇:水(30:10:1),展距 15cm,显色剂:10%硫酸乙醇溶液。在 105 $^{\circ}$ C 烘 5~7min,至斑点显色清晰,锯齿反射扫描, $\lambda_s=530$ nm。狭缝宽度为 1.0mm \times 1.0mm^[1]。

2.5.2 供试液的制备 取供试品适量,用正丁醇萃取 4 次,合并正丁醇液,用 1%氢氧化钠溶液洗涤 3 次(20、10、10mL)

然后用新鲜蒸馏水洗涤至洗涤液呈中性,挥去溶剂,用甲醇溶解转移至 5mL 量瓶中,定容至刻度,摇匀,并以 0.45 μ m 滤膜滤过,作供试液备用。

2.5.3 标准曲线绘制 精密吸取黄芪甲苷对照溶液(1mg/mL)1、3、5、7、9 μ L 点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述薄层条件展开,显色,扫描,根据对照品浓度及吸收峰面积进行线性回归得方程: $Y=1.732 \times 10^{-4}X+0.0230$, $r=0.9970$ 。

2.5.4 精密度试验 取对照液,分别点样 10 μ L,共 6 次,测得峰面积为 33270, RSD=1.56%(n=6)。

2.5.5 加样回收试验 精密量取供试液,分别精密加入黄芪甲苷对照液(1mg/mL),混匀后点样 10 μ L,测得加样回收率为 100.8%, RSD=1.6%(n=6)。

2.5.6 供试品测定 取供试品液 10 μ L、对照品溶液 5.0 μ L 分别点于同一硅胶 G 板上,按 2.4 项下方法展开、检视,供试品与对照品在相应位置上,显相同颜色的黄色斑点。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,波长 $\lambda_s=530$ nm,测量供试品吸收度积分值与对照品吸收度积分值,并计算含量。

3 结果

2 种方法制备的供试液,室温下密封、避光存放 6 个月,结果见表 1、表 2。

表 1 澄清度结果

制备方法	澄清度
乙醇提取法	澄清,有少量轻摇易散的沉淀
加澄清剂法	澄清,无明显沉淀

表 2 利胆口服液黄芪甲苷比较(n=3)($\bar{X} \pm S$)

供试品	澄清剂	峰面积	含量/mg \cdot mL ⁻¹
1	不加	35146.21	3.17 \pm 0.029
2	乙醇	32812.43	2.79 \pm 0.09
3	澄清剂	32799.83	2.88 \pm 0.09

4 讨论

用澄清剂处理过的药液与乙醇沉淀的药液及未经澄清的药液,经薄层色谱检测比较,在相同的位置上,供试品与对照品有相同颜色的斑点,颜色、大小似无差别。也就是说对这种成分影响不大。薄层扫描测定结果证明,澄清剂对黄芪甲苷的含量与醇沉法比较无明显差异($P>0.05$),澄清效果均较理想,证明天然澄清剂可以代替乙醇作澄清剂,并且具有比醇沉法工艺短、成本低、不增加回收设备、不损失有效成份等诸多优点。对其它成分有无影响,有待进一步研究。

参考文献

[1]刘训红,王玉玺,房克慧,等.中药材薄层色谱鉴别[M].天津:天津科学技术出版社,1989.90~91

(收稿日期:2005-08-09)