

点于同一硅胶 G 薄层板上,展开,显色,测定,结果见表 1。

表 1 3 批样品中熊果酸的含量测定结果

批号	含量 (mg/10g)		\bar{x}
	1	2	
930807	0.494	0.501	0.50
930810	0.543	0.525	0.53
930817	0.515	0.521	0.52

3.6 回收率测定:取同一批已知含量的样品 6 份,每份约 10 g,精密称定,分别加入熊果

酸对照品溶液(0.5 mg/mL)1 mL,照样品测定法测定,测得平均回收率为 96.8%,RSD 为 1.2%。

4 小结

本研究中薄层鉴别和含量测定试验均与阴性对照品做了比较,结果显示无干扰。本方法简便、快速,重现性好,可做本品质控标准。

(1997-11-07 收稿)

壳聚糖澄清法代替醇沉法制备平疣口服液

南京军区南京总医院(210002) 李汉保* 谢虞升 任海祥 徐学银

摘要 采用壳聚糖澄清法代替原工艺的醇沉法,制备平疣口服液,不仅澄清效果好,而且采用 TLC 法及 HPLC 法比较了两种工艺的层析行为及芍药甙的含量,亦无明显的影响,为壳聚糖作澄清剂提供了依据。

关键词 壳聚糖 澄清剂 TLC 法 HPLC 法 含量测定 芍药甙

平疣口服液由板蓝根、赤芍、红花、木贼草、露蜂房等多味中药组成,具有清热解毒、活血化瘀等功能,临床用于扁平疣的治疗,有较好的疗效。原生产工艺采用水煎醇沉法工艺,需耗用大量的酒精,成本较高,现改用水煎壳聚糖澄清法,取得了较好的澄清效果,为考查其对有效成分有无影响,采用 TLC 法比较了两种工艺对其中赤芍等成分层析行为有无差异,并采用 HPLC 法比较了两种工艺所得产品芍药甙的含量。

1 仪器与试药

1.1 仪器:P200 高压恒流泵,不锈钢柱(柱长 25cm,内径 4.6mm),UV200 紫外可变波长检测器,WDL-色谱工作站(中国科学院大连化学物理研究所,国家色谱中心产品)。

1.2 试药:芍药甙对照品:中国药品生物制品检定所,壳聚糖:上海华凯科技贸易公司,甲醇:色谱纯。

2 实验方法及结果

2.1 对照品溶液的制备:取减压干燥至恒重的芍药甙一定量,精密称定,用 50% 甲醇配成一定浓度的溶液(51.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

2.2 壳聚糖溶液的配制:取壳聚糖用 1% 的醋酸液配成 1% 的液溶。

2.3 供试品溶液的制备

2.3.1 平疣口服液的制备:按处方称取各药,水煎 3 次,煎液合并,浓缩成药-水比为 1:1 备用。

2.3.2 供试液的制备:取平疣口服液 5 mL 3 份,分别置 3 支试管中,第 1 管不加澄清剂,第 2 管加乙醇 5 mL,第 3 管加壳聚糖液 0.5 mL,摇匀放置,第 3 管 80℃ 加热 10 min,各管离心 10 min(3000 r/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 50% 甲醇溶解,滤入 25 mL 量瓶中,并用同一溶剂洗涤容器及滤器,滤入量瓶中并定容至刻度为原液,摇匀。取原液 2 mL 至 10 mL 量瓶中,用 50% 甲醇定容至刻度,摇

* Address: Li Hanbao, Nanjing Army Nanjing General Hospital, Nanjing

匀,并以 0.45 μm 滤膜滤过,作供试液用。

2.3.3 空白供试液的制备:按 2.3.1 平疣口服液的制备法,处方中除去赤芍后的其余药物依法制备,并按 2.3.2 法制成空白供试液。

2.4 芍药甙的 TLC 检视:薄层板:硅胶 G-CMCNa 板,点样批号 1 供试品原液及对照液各 10 μL,展开剂为氯仿-甲醇-乙酸乙酯(8:4:1),展距 15 cm,显色剂 10%硫酸液。置氨蒸气饱和下展开。烘数分钟,置紫外光灯(365nm)下检视,结果:样品色谱与对照品色谱在相应位置上显相同颜色的斑点,见图 1,另两个批号显相同的结果。

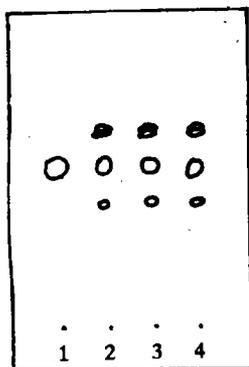


图 1 芍药甙的 TLC 图

1-对照品 2-未加澄清剂 3-加乙醇澄清
4-加亮聚糖澄清

2.5 色谱条件:色谱柱 Spherisorb C₁₈ 5μ,柱长 25 cm,内径 4.6 mm,流动相 50%甲醇,检测波长 225 nm,流速 0.8 mL/min,柱前压 12 Mpa,进样 10 μL,芍药甙色谱峰保留时间 4.69 min,供试品在同一保留时间有同样的

峰,而空白对照无此峰,见图 2。

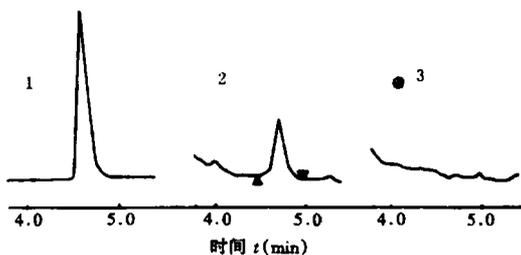


图 2 色谱图

1-对照品 2-供试品 3-空白对照

2.6 标准曲线的制备:取芍药甙对照液(51.6 μg/mL)0.3、0.6、0.9、1.2、1.5 mL 分别置 5 mL 量瓶中,以 50%甲醇定容至刻度,摇匀,各进样 10 μL,测定峰面积。

进样量(ng):30.96、61.92、92.88、123.84、154.8。

峰面积:17990、45770、75570、99270、126300。

回归方程为 $Y = 872.5X - 8056(\mu\text{g})$, $r = 0.9994$ 。

2.7 精密度试验:取上项第 4 号对照液,分别进样 10 μL,共 6 次,测得峰面积分别为 101900、99730、98570、99000、97190、99240, $S = 1550$, $RSD = 1.56\%$ 。

2.8 加样回收试验:精密量取供试液(含芍药甙 15.24 μg/mL)0.8、1.0、1.2 mL 分别置 3 支具塞试管中,再分别精密加入芍药甙对照液(10.426 μg/mL)1.2、1.0、0.8mL,混匀后,分别进样 10 μL 测得结果见表 1。

表 1 加样回收试验(μg)

编号	供试品	对照品	测定量	回收量	回收率%	\bar{x}	RSD%
1	12.192	12.5112	24.576	12.384	99.0		
2	12.192	12.5112	24.944	12.752	101.9	100.5	2.0
3	15.240	10.426	25.932	10.692	102.6		
4	15.240	10.426	25.706	10.466	100.4	101.5	1.5
5	18.288	8.3408	26.568	8.280	99.3		
6	18.288	8.3408	26.764	8.476	101.6	100.5	1.6

2.9 供试品测定:取供试品液,进样 10 μL,

按外标法,由回归方程计算含量,结果见表

2.

表 2 平疣口服液芍药甙比较

批号	澄清剂	峰面积	含量(ng)
1	不加	79060	99.84
	乙醇	68180	87.38
	壳聚糖	78740	99.48
2	不加	77720	98.31
	乙醇	67360	86.44
	壳聚糖	71260	90.90
3	不加	81610	102.77
	乙醇	80240	101.20
	壳聚糖	76730	97.18

3 讨论

3.1 从图 1 中可看出,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,经薄层层析检测相比较,在相同的位置上,样品与对照品有相同颜色的斑点,颜色、大小似无差别。也就是说对成分影响不大。

3.2 在本试验条件下,含多味中药的复方制剂中的芍药甙仍能获得较好的分离,空白样品无干扰峰,平均加样回收率为 100.8%,RSD 在 2.0% 以内。

3.3 HPLC 测定结果证明,壳聚糖澄清剂对芍药甙的含量与醇沉法比较无明显差异,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。对其它成分有无影响,有待进一步研究。

参考文献

- 1 钱亚南,等. 中草药,1995,26(7):349
- 2 倪健,等. 中草药,1995,26(12):637
- 3 刘训红,等. 中药材薄层色谱鉴别. 天津:天津科学技术出版社,1989.90

(1997-07-31 收稿)

消瘰颗粒剂中绿原酸的 HPLC 法含量测定及二极管矩阵检测(PDA)对其纯度评估

天津药物研究院中药一室(300193) 吕沅珊* 华伟义

摘要 用 HPLC 法对消瘰颗粒剂中绿原酸进行含量测定,并用二极管矩阵检测器(PDA)对绿原酸峰的纯度进行评估,结果满意。

关键词 消瘰灵颗粒剂 HPLC 绿原酸 二极管矩阵检测器

消瘰颗粒剂由金银花、赤芍、白芷等组成,具有清热解毒、凉血的功能,主治月经周期相火旺盛,青春期痤疮。我们利用高效液相色谱法对制剂中的主要成分绿原酸进行了含量测定,并用二极管矩阵检测器(PDA)对绿原酸色谱峰的紫外光谱进行了比较,对其色谱峰的纯度进行了定量的评估,取得了满意的结果。

1 仪器与试药

岛津 LC-6A 型高效液相色谱仪,C-R3A 数据处理仪,Sperisosb 200 mm×4.6 mm 不

锈钢柱,二极管矩阵检测器 Waters 996 PDA,486 色谱工作站。

乙腈为色谱纯,其它试剂均匀分析纯,水为去离子水,消瘰颗粒剂由本室提供。

供试品溶液的制备:精密称取样品适量,加水 10 mL,温热溶解,冷后,加乙醇定容至 50 mL,滤过,即得。

对照品溶液制备:配制含绿原酸 0.05 mg/mL 的乙醇溶液。

色谱条件:流动相:12.5%乙腈并加入 2%冰乙酸;流速:1.0 mL/min;柱温:室温;

* Address:Lü Yuanshan,Tianjin Institute of Pharmaceutical Research,Tianjin.