

此溶液 100, 200, 300, 400, 500  $\mu$ L 置于 5 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀即得。以对照品浓度对峰面积平均值作图, 华蟾毒配基线性回归方程为  $A = -10\,273.9 + 9\,658.6C$ ,  $r = 0.9998$ ; 结果表明华蟾毒配基呈良好线性, 线性范围为 21.4~107.0  $\mu$ g/mL。

2.3 空白试验: 按《中国药典》2000年版一部梅花点舌丸下方法制备缺蟾酥对照样品并依拟定色谱条件测定, 结果在 HPLC 图谱上脂蟾毒配基、华蟾毒配基相应位置无峰, 表明其它组分对测定无干扰 (图 1)。

2.4 样品测定: 取梅花点舌丸 10 丸, 研细, 取约 0.15 g, 精密称定, 加氯仿 100 mL, 索氏提取 6 h, 氯仿液蒸干, 残渣加甲醇溶解并移入 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀即得。过 0.45  $\mu$ m 微孔滤膜后, 进样。测定结果见表 1。

表 1 脂蟾毒配基、华蟾毒配基的测定结果 ( $n=5$ )

批号	脂蟾毒配基		华蟾毒配基	
	含量 (mg/g)	RSD (%)	含量 (mg/g)	RSD (%)
010406	3.6664	1.52	3.5317	1.50
010409	3.7219	0.56	3.5390	0.81
010410	3.8950	0.92	3.6746	0.44

2.5 精密度考察: 取同一浓度对照品连续 8 次进样, 以峰面积计算, 脂蟾毒配基 RSD 为 0.44%; 华蟾毒配基 RSD 为 0.11%。

2.6 稳定性试验: 取同一样品, 每隔 1 h 进样 1 次, 结果样品中脂蟾毒配基 RSD 为 0.74%; 华蟾毒配基 RSD 为 0.72% ( $n=5$ )。取同一样品, 每隔一天进

样 1 次, 结果样品中脂蟾毒配基 RSD 为 0.97%; 华蟾毒配基 RSD 为 0.69% ( $n=3$ )。

2.7 重复性试验: 取同一批号梅花点舌丸各 5 份, 按样品测定项下测定, 结果样品中脂蟾毒配基 RSD 为 1.52%; 华蟾毒配基 RSD 为 1.50% ( $n=5$ )。

2.8 加样回收率试验: 精密称取已知含量的梅花点舌丸 (批号 010406) 内容物粉末 5 份, 加入脂蟾毒配基、华蟾毒配基各适量, 按样品测定项下测定。测得脂蟾毒配基的平均加样回收率为 97.40%, RSD 为 2.22%; 华蟾毒配基的平均加样回收率为 97.78%, RSD 为 2.63%。

### 3 讨论

3.1 反相高效液相色谱法测定脂蟾毒配基、华蟾毒配基, 脂蟾毒配基保留时间为 11 min, 塔板数大于 8 000; 华蟾毒配基保留时间为 10 min, 塔板数大于 7 000。经空白实验 (处方中无蟾酥) 证明, 在脂蟾毒配基、华蟾毒配基相应位置上无峰出现, 表明空白样品无干扰。

3.2 样品用氯仿分别进行 4, 6, 7, 8 h 的回流提取, 得到的样品溶液经测定, 提取 6 h 后结果基本稳定。表明 6 h 已提取完全。

3.3 根据参考文献<sup>[1,2]</sup>, 试验了不同的流动相, 结果以乙腈-0.5%  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  溶液 (50:50) 分离度较好, 保留时间适宜。

#### 参考文献:

- [1] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997.
- [2] 中国药典 [S]. 2000年版. 一部.

## 不同产地的地黄中梓醇含量比较

李更生, 刘长河, 王慧森, 张留记

(河南省中医药研究院, 河南 郑州 450004)

**摘要:** 目的 采用薄层扫描法测定了不同产地的地黄中梓醇的含量。方法 以氯仿-甲醇-水 (7:4:0.5) 为展开剂, 10% 硫酸-乙醇为显示剂, 413 nm 为扫描波长, 反射法扫描。结果 河南温县产地地黄中梓醇含量较高, 山东嘉祥产地地黄中梓醇含量较低。结论 怀地黄作为道地药材有其物质基础。

**关键词:** 地黄; 梓醇; 薄层扫描法

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)02-0126-03

收稿日期: 2001-07-10

基金项目: “九五”国家攻关课题 (No. 969030204)

作者简介: 李更生 (1962-), 男, 河南信阳人, 硕士, 副研究员, 1994 年获北京医科大学硕士学位, 主要从事天然药物化学、中药分析的研究, 主持和参加多项国家局、省自然科学基金项目, 获国家中医药局科技进步二等奖 1 项, 省科技进步二等奖 2 项, 省中医药科技进步一等奖 1 项, 发表学术论文 20 余篇。Tel 0371-6336574 E-mail lgshn@sohu.com

Assaying of content of catalpol in *Rehmannia glutinosa* from different origins

LI Geng-sheng, LIU Chang-he, WANG Hui-sen, ZHANG Liu-ji

(Henan Academy of TCM, Zhengzhou Henan 450004, China)

**Key words** *Rehmannia glutinosa* Libosch; catalpol; TLCs

地黄为玄参科植物地黄 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的干燥块茎,具清热凉血、养阴、生津之功效。2000年版《中国药典》记载的成方制剂中有 80 余种选取了地黄,因此,对地黄药材进行质量监控非常必要。本文利用薄层扫描法测定了不同产地的地黄中梓醇含量。结果表明河南产怀地黄中梓醇含量较高,山东嘉祥产地地黄中梓醇含量较低。结果说明道地药材有一定的物质基础。

## 1 仪器与试剂

CAMAG II 薄层扫描仪(瑞士),定量毛细管(瑞士),梓醇对照品(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。地黄样品于 1997年、1998年采集于陕西、河南、山东、山西,经本院都恒青研究员鉴定为玄参科植物地黄 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的干燥块茎。

## 2 实验方法

2.1 供试品溶液的制备:取不同产地地黄样品,切碎,精密称取 10 g,加水 60 mL,称重,加热回流 1.0 h<sup>[1]</sup>,加热过程补足损失水分,滤过,弃去初滤液,精密吸取续滤液 10 mL,以水饱和正丁醇提取 8 次,每次 10 mL,合并正丁醇提取液减压回收正丁醇,残渣加甲醇溶解,并定容于 10 mL 量瓶中,作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取梓醇对照品,加甲醇制成 0.55 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。

2.3 薄层及色谱条件:取硅胶 G,加入适量 0.1% CMC-Na,制成厚 0.5 mm 的薄层板,自然干燥,备用。展开剂:氯仿-甲醇水(7:4:0.5),显色剂:10%硫酸-乙醇,90℃烘 10 min,显色;最大吸收波长  $\lambda_{\max} = 413 \text{ nm}$ ,线性化系数  $S_x = 3$ ,狭缝 1.2 mm × 1.2 mm,扫描方式:反射法。

2.4 线性关系考察:精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5, 6  $\mu\text{L}$  点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述薄层色谱条件展开,取出晾干,显色,扫描测定。回归方程  $Y = 621.76X + 118.69$ ,  $r = 0.997$ 。结果表明:梓醇于 0.55~3.3  $\mu\text{g}$  线性关系良好。

2.5 梓醇稳定性考察:精密吸取梓醇对照品溶液 4  $\mu\text{L}$ ,点于硅胶 G 薄层板上,依法每隔 20 min 扫描测定 1 次,  $RSD = 3.42\%$  ( $n = 6$ ),结果表明:梓醇于

100 min 内稳定。

## 2.6 精密度考察

2.6.1 同板精密度考察:精密吸取 4 号(河南武陟产)样品溶液 2  $\mu\text{L}$ ,对照品溶液 2, 4  $\mu\text{L}$  分别点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述方法测定,  $RSD = 2.14\%$  ( $n = 5$ )。

2.6.2 异板精密度试验:精密吸取 4 号样品溶液 2  $\mu\text{L}$ ,对照品溶液 2, 4  $\mu\text{L}$ ,分别点于 5 块硅胶 G 薄层板上,按上述方法测定,  $RSD = 3.11\%$  ( $n = 5$ )。以上结果表明,样品同板、异板精密度良好。

2.7 重现性试验:精密取 4 号煎煮液 5 份,每份 10 mL,按上述供试品溶液处理方法处理,得供试品溶液。分别吸取上述溶液 2  $\mu\text{L}$ ,对照品溶液 2, 4  $\mu\text{L}$ ,点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述薄层色谱条件展开,显色,扫描计算,  $RSD = 2.00\%$  ( $n = 5$ ),表明方法重现性良好。

2.8 回收率试验:精密吸取 4 号(河南武陟产)煎煮液 5 份,每份 10 mL,加入梓醇对照品 1.65 mg,按上述提取方法提取,定容于 10 mL 量瓶中作为供试品溶液。精密吸取上述溶液各 2  $\mu\text{L}$ ,点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述薄层色谱条件展开,显色,扫描计算,平均回收率为 99.63%,  $RSD = 4.48\%$  ( $n = 5$ ),结果表明,回收率较好。

2.9 不同产地的地黄中梓醇含量测定:精密吸取不同产地地黄供试品溶液 2  $\mu\text{L}$ ,对照品溶液 2, 4  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上。按上述条件测定,结果见表 1。

表 1 不同产地的地黄梓醇含量

编号	药材名	样品来源	梓醇含量 (mg/g)
1	地黄	陕西渭南南师(1997.8)栽培品	3.48
2	地黄	陕西渭南交科(1997.8)栽培品	4.35
3	地黄	陕西渭南孝义(1997.8)栽培品	2.93
4	怀地黄	河南武陟(1997.8)栽培品	4.03
5	怀地黄	河南博爱(1997.8)栽培品	2.85
6	地黄	河南温县(1997.9)栽培品	5.95
7	地黄	山东成武(1998.8)栽培品	4.70
8	地黄	山东济宁任城(1998.8)栽培品	0.85
9	地黄	山西襄汾南贾(1998.8)栽培品	0.285
10	地黄	山西曲沃史村(1997.8)栽培品	4.38
11	地黄	山东嘉祥前马寺(1998.8)栽培品	0.143

由以上结果可知:河南温县产地地黄中梓醇含量

较高,而山东嘉祥、山东济宁、山西襄汾所产地黄中梓醇含量较低。

### 3 讨论

3.1 显色剂曾选择碘蒸气,但碘显色需较长时间(30 min),且显色斑点荧光易消退。选用硫酸-乙醇90℃烘10 min显色,显色斑点荧光于 $\lambda_{\max}=413\text{ nm}$ 处扫描无干扰。

3.2 河南产怀地黄中梓醇含量较高,山东嘉祥产地黄中梓醇含量较低,说明道地药材有其一定的物质

基础;山东嘉祥产地黄为1998年栽培品,梓醇含量较低可能是药农在烘制过程中温度过高<sup>[2,3]</sup>,梓醇受热破坏所致。

### 参考文献:

- [1] 张玲,徐新刚,时延增,等. 双波长薄层扫描法测定生地及熟地中梓醇的含量[J]. 中草药, 1998, 29(5): 308-310.
- [2] 郝武常,朱宇红,朱志峰,等. 炮制对地黄中梓醇含量的影响[J]. 中国中药杂志, 1997, 22(6): 345-346.
- [3] 王宏洁,边宝林,杨健,等. 地黄中梓醇变化条件的探讨[J]. 中国中药杂志, 1997, 22(7): 408-409.

## RP-HPLC法测定满山红叶及其制剂中杜鹃素含量

李辉<sup>1</sup>, 罗中枢<sup>2</sup>, 牛锋<sup>1</sup>, 陈发奎<sup>1</sup>

(1. 沈阳药科大学, 辽宁 沈阳 110016 2. 黑龙江省伊春市卫生防疫站, 黑龙江 伊春 153000)

**摘要:** 目的 建立 RP-HPLC测定满山红叶及其制剂芩暴红胶囊中杜鹃素含量的方法。方法 固定相为 Shim-Pack VP-ODS反相柱;流动相为甲醇-水(65.5:34.5);检测波长296 nm。结果 该方法的线性范围为0.1~2.0 $\mu\text{g}$ ,  $r=0.9991$ ;平均回收率为96.60%,  $RSD=1.07\%$  ( $n=5$ )。结论 本法简便、准确、灵敏度高,重现性好,可用于该药材及其制剂中该成分的含量测定。

**关键词:** 满山红叶;芩暴红胶囊;杜鹃素;RP-HPLC

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)01-0128-02

## Determination of farrerol in leaves of *Rhododendron dauricum* and its preparation QINBAOHONG CAPSULE by RP-HPLC

LI Hui<sup>1</sup>, LUO Zhong-shu<sup>2</sup>, NIU Feng<sup>1</sup>, CHEN Fa-ku<sup>1</sup>

(1. Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang Liaoning 110016, China; 2. Heilongjiang Province Yichun Health and Epidemic Prevention Station, Yichun Heilongjiang 153000, China)

**Key words** leaves of *Rhododendron dauricum* L.; QINBAOHONG CAPSULE; farrerol; RP-HPLC

满山红叶为杜鹃花科植物兴安杜鹃 *Rhododendron dauricum* L.的干燥叶。气芳香特异,味较苦、微辛。杜鹃素(异名法尔杜鹃素)为其有效成分之一,具有止咳、祛痰之功效,用于急、慢性支气管炎。本文建立了用高效液相色谱法测定满山红叶及芩暴红胶囊中杜鹃素的含量的方法。

### 1 仪器、试剂与样品

1.1 仪器: 岛津高效液相色谱仪, LC-ATVP泵, SPD-M10AVP检测器

1.2 试剂与样品: 杜鹃素对照品购于中国药品生物制品检定所,经测定,纯度为99.33%;甲醇为色谱纯;满山红叶及芩暴红胶囊(批号: 990303 001002)由黑龙江省伊春药业有限公司提供

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Shim-Pack VP-ODS反相柱(5 $\mu\text{m}$ , 150 mm $\times$  4.6 mm);流动相: 甲醇-水(65.5:34.5);流速1.0 mL/min;进样量20 $\mu\text{L}$ ;检测波长296 nm;灵敏度0.1 AUFS;理论塔板数以杜鹃素峰计不低于2500

### 2.2 供试品溶液的制备

2.2.1 药材供试品溶液的制备: 取满山红叶粉末2.5 g,精密称定,置烧瓶中,加乙醚水浴回流提取3次(50 mL 1 h; 50 mL 1 h; 50 mL 40 min),滤过,残渣用乙醚洗涤2次,每次20 mL,合并乙醚液,挥发至无醚味,残渣用甲醇溶解并转移至25 mL量瓶中,加甲醇至刻度,即得药材供试品溶液。