

为姜黄素的检测波长。

3.3 提取溶剂的选择: 分别选用甲醇、乙醇、乙醚、乙酸乙酯、丙酮为溶剂, 进行超声提取, 以姜黄素峰面积为指标, 结果表明甲醇的提取效果最好, 故选用甲醇为提取溶剂。

3.4 提取方法的选择: 精密称取姜黄药材粉末 4 份, 取甲醇适量, 分别进行水浴回流、Soxhlet 提取、超声提取、冷浸。结果表明超声提取效果最好, 故选

用超声提取法。

3.5 从样品测定的结果可知, 姜黄素主要存在于姜黄中。不同产地的姜黄、郁金、广西莪术中姜黄素的含量差别较大, 因此需对药材质量进一步规范。

参考文献:

- [1] 吴伟志, 袁翠美. 姜黄素的高效液相色谱分析 [J]. 中国野生植物资源, 1996, 18(3): 56-57.
- [2] 李吉来, 于留荣. 双波长薄层扫描法测定姜黄中总姜黄素类含量 [J]. 湖南中医学院学报, 1996, 16(3): 57-59.

HPLC法测定清泻丸中黄芩苷的含量

丘文珍*

(广州中药一厂, 广东 广州 510140)

清泻丸由大黄、黄芩等中药组成, 为了控制产品质量, 本实验对黄芩中的黄芩苷含量进行了测定。

1 仪器与试剂

1.1 仪器: Agilent 1100 series 液相色谱仪, MODEL HN 1006 超声波清洗机。

1.2 试剂: 黄芩苷对照品 (卫生部生物制品检定所), 超纯水, 甲醇为色谱纯, 磷酸为分析纯, 清泻丸为本厂产品。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 Hypersil ODS C₁₈ 柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水-磷酸 (46: 53.8: 0.2), 流速为 0.8 mL/min, 检测波长为 280 nm, 柱温为 40℃。在该色谱条件下, 黄芩苷的保留时间约为 7.9 min, 理论塔板数不少于 8 000。

2.2 实验溶液的制备

2.2.1 黄芩苷对照品储备溶液: 精密称定黄芩苷对照品 9.1 mg, 用 50% 甲醇溶液超声溶解并定容至 100 mL, 摇匀, 即得。

2.2.2 样品溶液: 取清泻丸 5 g, 粉碎, 精密称定 0.25 g, 置 50 mL 容量瓶中, 加 50% 甲醇适量, 超声 30 min, 冷却, 定容至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 取续滤液, 即得。

2.2.3 阴性样品溶液: 按处方制备不含黄芩药材的样品, 同法制成阴性样品溶液, 备用。

2.3 方法可行性考察: 取阴性样品、样品溶液和黄芩苷对照品溶液, 在上述色谱条件下进样 5 μL, 结

果阴性样品对黄芩苷的测定无干扰。

2.4 标准曲线的制备: 分别精密吸取对照品储备液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL 置 10 mL 容量瓶中, 用 50% 甲醇溶液定容至刻度, 摇匀。按上述色谱条件, 各进样 5 μL, 测定黄芩苷峰面积, 以黄芩苷进样量 X (μg) 为横坐标, 峰面积 Y 为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 17.297X - 19.11$ ($r = 0.9997$)。结果表明, 黄芩苷进样量在 0.091~0.456 μg 范围内, 峰面积与进样量呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 5 μL, 重复进样 5 次, 结果黄芩苷峰面积的 $RSD = 0.78\%$ 。

2.6 重现性试验: 取 5 份样品 (批号 0046), 依法处理后, 进样 5 μL, 测定, 计算黄芩苷的含量, 结果平均含量为 1.123%, $RSD = 1.63\%$ 。

2.7 稳定性试验: 精密吸取新配制的样品溶液, 按样品测定方法每隔 2 h 进样测定 1 次, 共测定 6 次, 结果黄芩苷含量的 $RSD = 1.3\%$, 表明样品溶液在 10 h 内稳定。

2.8 回收率试验: 精密称取已知黄芩苷含量的样品 5 份, 分别加入一定量的黄芩苷对照品, 按 2.2.2 项下方法处理后, 进样 5 μL, 依法测定, 计算黄芩苷回收率, 结果平均回收率为 102.1%, $RSD = 2.1\%$ 。

2.9 样品测定: 取 3 个批号样品, 分别按 2.2.2 项下方法处理后, 进样 5 μL, 依法测定, 按外标峰面积法计算黄芩苷的含量, 结果分别为 1.334%, 1.121%, 1.112%。

* 收稿日期: 2001-08-27

作者简介: 丘文珍 (1974-), 女, 助理工程师, 从事中药质量分析工作。Tel: (020) 81833751, 81940767

3 讨论

3.1 经多种比例流动相比较,甲醇-水-磷酸(46:53.8:0.2)的效果最佳。

3.2 结果表明,采用 HPLC直接测定清泻丸中黄芩苷含量,方法简便快速,结果可靠,可作为清泻丸

的质量控制方法。

参考文献:

- [1] 宋宁宁. 高效液相色谱法测定复方鱼腥草颗粒中黄芩苷的含量[J]. 药物分析杂志, 1999, 19(5): 351-352.
- [2] 中国药典[S]. 2000版. 一部.
- [3] 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.

高效薄层色谱分离苦豆子生物碱的体系优化

秦学功, 元英进*

(天津大学化工学院 制药工程系, 天津 300072)

苦豆子 *Sophora alopecuroides* L. 为我国西北常见的野生植物, 其主要成分生物碱品种多、含量高, 而且具有广泛而显著的药理作用^[1]。由于毛细管色谱只能用于个别生物碱的分析^[2], 而高效薄层色谱由于苦豆子生物碱分离须二次展开^[3], 不仅繁琐, 更重要的是重现性差。所以, 本研究以苦豆子生物碱为对象, 对高效薄层色谱法的分离体系进行了优化。

1 器材与试药

高效硅胶薄层板 (E. Merck Art 5633); XY双底展开槽 (上海信谊仪器厂); 1^μL定量点样管 (日本岛津); 8种生物碱样品为本实验室制备与纯化, HPLC分析含量均在 98% 以上; 试剂均为市售分析纯。

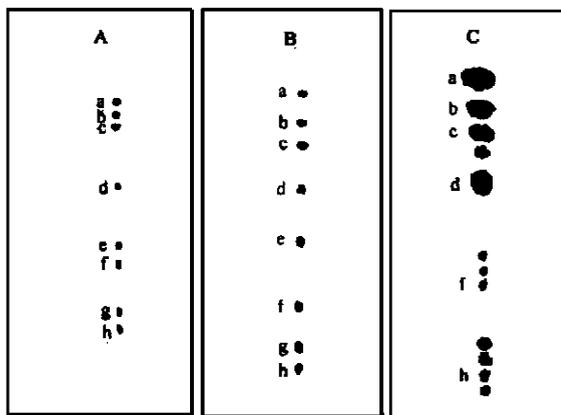
2 实验方法

2.1 改进实验: 根据文献^[3], 选择第一次展开剂为苯-丙酮-甲醇 (8: 3: 0.5), 二次展开剂在第一次展开剂中追加 1.5 mL 甲醇, 展距减半。为考察一次展开的可能性, 仍采用 3种溶剂, 在两展开剂极性强度之间, 进行探索试验。根据文献^[4]计算, 第一次展开剂极性强度 P_1 为 3.430, 第二次展开剂极性强度 P_2 为 3.623。在 P_1 与 P_2 之间, 以不同配比的苯-丙酮-甲醇展开 8种生物碱混合液。经过多次试验, 发现苯-丙酮-甲醇 (9: 3: 2) 极性强度为 3.557, 一次展开即可达到原展开体系二次展开效果, 如图 1-A。

但是, 该展开剂中丙酮挥发性较强, 展开槽不易密封; 苯与甲醇毒性问题亦须解决。因此, 必须寻求新的展开体系。

2.2 优化研究

2.2.1 组分的优化确定: 采用 Glajch 三角形法^[5], 从以聚类分析的 8类试剂中选择位于三角形内相距



a-槐果碱 b-苦参碱 c-槐胺碱 d-槐定碱 e-苦豆碱
f-金雀花碱 g-氧化苦参碱 h-氧化槐果碱
A改进的展开剂 B优化的展开剂 C苦豆子提取物

图 1 TLC图谱

尽可能远的II、VI、VIII三类, 试剂尽可能无毒性。最后确定以II类中的乙醇, VI类中的乙酸乙酯和VIII类中的浓氨水进行试验。

2.2.2 配比的优化试验: 依据改进的展开剂强度, 选择乙酸乙酯用 3, 4, 5 mL, 乙醇用 1, 2, 3 mL, 浓氨水用 0.1, 0.3, 0.5 mL进行正交试验设计, 仍以主要的 8种生物碱混合液为样品, 采用可以分离的组分个数作指标, 经过综合分析, 发现乙酸乙酯-乙醇-浓氨水 (5: 1: 0.5) 效果最好。正交设计表见表 1, 2, 分离效果见图 1-B。

表 1 优化的展开剂的因素水平表

水 平	因 素 (mL)		
	A 乙酸乙酯量	B 无水乙醇量	C 浓氨水量
1	3	1	0.1
2	4	2	0.3
3	5	3	0.5

* 收稿日期: 2001-10-31