

样测定。结果表明,空白样品在黄芩苷出峰处无干扰峰,流动相也无干扰

2.12 样品测定:精密吸取 5 个批号的复方鱼腥草合剂各 1 mL,按供试品溶液制备法制备,精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L,分别注入高效液相色谱仪,测定峰面积,计算含量,结果见表 1

表 1 复方鱼腥草合剂中黄芩苷含量的测定

批 号	981228	981129	990419	990421	990423
含量 (mg/mL)	2.2	2.2	2.5	2.4	2.3

据以上检验结果,将含量标准限度定为每毫升不得少于 1.8 mg,5 批样品均符合规定。

3 讨论

本品中鱼腥草虽为君药,但其抗菌活性成分癸酰乙醛作含量测定未见文献报道,而黄芩中有效成

分黄芩苷具有良好的抗炎、抗菌、抗变态反应等作用,故本品含量测定采用 HPLC 法测定黄芩苷的含量。

在本文所介绍的溶液的制备方法和色谱条件下,复方鱼腥草合剂中的黄芩苷峰分离良好,辅料对主峰测定不干扰,该方法具有样品前处理简单,灵敏度高,结果准确可靠的优点,可作为复方鱼腥草合剂的质量控制指标,用于建立该制剂的成品质量标准。

参考文献:

- [1] 中国药典 [S]. 2000 年版. 一部.
- [2] 黄泰康. 常用中药成份与药理手册 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.
- [3] 马 丽, 冷爱晶. 黄芩在中成药制剂中含量测定研究进展 [J]. 时珍国药研究, 1998, 9(2): 182.

离子对 RP-HPLC 法测定不同产地莲子心中甲基莲心碱的含量

寿国香¹, 刘 冰¹, 郝连淑^{2*}

(1. 天津市药品检验所, 天津 300070; 2. 天津医科大学, 天津 300203)

莲子心为睡莲科植物睡莲 *Nelumbo nucifera* Gaertn 的成熟种子中的干燥幼叶及胚根, 具有清心安神、交通心肾、涩精止血之功效^[1]。《中华人民共和国药典》2000 年版, 莲子心项下只有显微鉴别和一个生物碱的显色反应。莲子心中主要成分为莲心碱、异莲心碱和甲基莲心碱。关于莲子心中甲基莲心碱的含量测定, 已有正相高效液相色谱法^[2]报道, 本实验采用 ODS 柱, 对 10 余个不同产地的莲子心中甲基莲心碱的含量进行了测定。

1 仪器、药材与试剂

Waters 高效液相色谱仪, Waters 515 泵, 2487 紫外检测器, 岛津 C-R6A 色谱数据处理机; 莲子心药材采自全国各地; 甲基莲心碱对照品 (自制), UV, IR 数据与文献报道一致^[3], 纯度经归一化法测定为 99%。乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 其它试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: 十八烷基键合硅胶为填充剂 (10 μ m, 4.6 mm $\times$ 250 mm); 流动相: 乙腈-水-十二烷基磺酸钠-冰醋酸 (55: 45: 15 mmol/L: 1); 柱温: 40 $^{\circ}$ C; 流速: 1 mL/min; 检测波长: 282 nm; 记

录纸速: 1 mm/min; 灵敏度: 0.1 AUFS; 进样量: 10 μ L。

2.2 对照品溶液的制备: 取甲基莲心碱对照品适量, 精密称定, 加流动相制成每 1 mL 含 0.035 mg 的溶液, 摇匀, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 取莲子心细粉 (过四号筛) 约 0.3 g, 精密称定, 精密加入 2% 盐酸-甲醇溶液 25 mL, 称定质量, 水浴回流 1 h, 冷却, 用 2% 盐酸-甲醇溶液补足质量, 滤过, 精密量取续滤液 5 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加流动相至刻度, 摇匀, 用 0.45 μ m 微孔滤膜滤过, 即得。

2.4 线性关系的考察: 精密称取甲基莲心碱对照品 12.9 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为储备液。分别精密吸取储备液 1, 4, 7, 10, 13, 16, 19 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 进样测定, 以浓度 (mg/mL) 为横坐标 X , 峰面积为纵坐标 Y , 作标准曲线, 得回归方程: $Y = 916.44 - 957.974.58X$, $r = 0.9999$ 。结果表明甲基莲心碱在 0.005 16~0.098 04 mg/mL 范围内线性关系良好。

2.5 精密度试验: 取同一份供试品溶液, 按上述色

谱条件分别进样 6次,以峰面积计算,结果 RSD 为 0.76%。

2.6 重现性试验:取湖北蕲春莲子心样品,按拟定的方法制备 6份供试品溶液,测定,计算,结果含量平均值为 0.62%, RSD 为 1.44%。

2.7 稳定性试验:取同一份供试品溶液,分别在 0, 1, 2, 4, 6, 8, 24 h测定, RSD 为 1.8% ($n=7$),结果表明样品在 24 h内稳定。

2.8 回收率试验:精密称取本品粉末 0.15 g,分别精密加入 0.04 mg/mL对照品溶液 25 mL,称定质量,按 2.3项下方法制备,测定,结果平均回收率为 99.91%, RSD 为 0.65%。

2.9 样品测定:分别取 10余个产地的样品,按拟定的方法进行试验,结果见表 1

3 讨论

3.1 本文建立的色谱条件,对不同产地、不同商品来源的莲子心进行考察,结果表明,甲基莲心碱的含量变化较大,低的无法测定(湖北洪湖),高的可达 0.88% (江苏),即使是同一产地的样品含量也有所不同,具体原因有待于进一步研究

3.2 本文建立的色谱条件,是在前文报告^[4]的基础上加以改进而制定的,在莲心碱、异莲心碱和甲基莲

薄层扫描法测定前列安栓中的小檗碱含量

徐维良,张 骋,冯庆卷,张足辉*
(丽珠医药集团股份有限公司,广东 珠海 519020)

前列安栓由黄柏、大黄、虎杖等 10味中药组成,具有清热利湿通淋、化瘀散结止痛的功效,用于治疗湿瘀血壅阻证引起的少腹痛、会阴痛、排尿不利、尿频、尿痛等慢性前列腺炎症状。本实验通过薄层扫描法对方中主药黄柏中有效成分盐酸小檗碱进行了含量测定。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂: CAMAG-III型薄层扫描仪(瑞士), CAMAG-III型薄层点样器, CAM AG双槽展开缸;盐酸小檗碱对照品为中国药品生物制品检定所提供(批号 0713-9605),硅胶 G(青岛海洋化工厂),所用试剂均为分析纯,前列安栓自制。

1.2 对照品溶液的制备:精密称取盐酸小檗碱对照品适量,用乙醇稀释,配制成 0.6 mg/mL的盐酸小檗碱对照品溶液。

表 1 不同产地莲子心中甲基莲心碱的含量

编号	产地	甲基莲心碱含量(%)
1	湖北洪湖	—
2	湖北蕲春	0.62
3	四川乐至	0.63
4	浙江建德	0.26
5	福建古田	0.24
6	河北白洋淀(市售)	0.70
7	河北白洋淀(自采)	0.58
8	江苏	0.88
9	江苏南京	0.10
10	山东郯城	0.80
11	湖南(广州市售)	0.12
12	湖南(成都市售)	0.60

心碱各峰达到基线分离的基础上,大大缩短了分析的时间。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 2000年版.一部.
- [2] 张先洲,胡学民,罗顺德,等.高效液相色谱法测定莲子心中 3种生物碱的含量[J].药物分析杂志,1997,17(2): 110-112.
- [3] 郭毛娣,陈兰贵.中国大陆产莲子心中生物碱成分的研究[J].中草药,1984,15(7): 3-5.
- [4] 寿国香,刘 冰,周立红,等.离子对反相 HPLC法测定 10个产地莲子心中莲心碱的含量[J].中草药,2001,32(11): 989-990.

1.3 供试品溶液的制备:精密称取前列安栓 0.2 g,加入甲醇 30 mL,回流 30 min,放冷,过滤,滤器用甲醇 20 mL分次洗涤,合并洗液和滤液,水浴蒸干,残渣用少许氯仿分次溶解,移入碱性氧化铝柱(100~200目,105℃活化 1 h,内径 1.5 cm),用氯仿 30 mL洗脱,弃去氯仿洗脱液。将蒸发皿上的残留物用少许甲醇溶解,移入层析柱并用甲醇洗脱,收集洗脱液蒸干,残渣用甲醇溶解并移入 5 mL容量瓶中,加入甲醇至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

1.4 阴性对照溶液的制备:取缺黄柏的阴性对照药材约 0.2 g,按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

1.5 薄层层析及扫描条件:层析板:取薄层用硅胶 G 20 g,加 0.3%羧甲基纤维素钠溶液 50 mL,研磨均匀,涂布于 20 cm× 20 cm玻璃板上,薄层厚度

* 收稿日期: 2002-01-30