

$RSD=2.26\%$ ($n=6$),表明精密度良好。对刚显色的样品斑点每隔一定时间扫描测定吸收度积分值,结果峰面积积分值在显色后 2 h 内变化较大,而在 2 h 后基本无变化。故显色后的样品斑点应放置 2 h,待吸附在薄层板上的碘挥发后再扫描测定吸收度积分值。

4.7 回收率试验:在已知延胡索乙素含量的样品中,精密加入一定的对照品,依法提取,测定,计算回收率,结果平均回收率为 97.62%, RSD 为 2.34% ($n=6$)。

4.8 样品测定:精密吸取样品溶液 2 μ L,对照品溶液 2 μ L,分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上。依法展开,取出晾干,显色扫描测定,计算样品中延胡索乙素的含量,结果见表 1。

表 1 和胃止痛颗粒中延胡索乙素含量测定 ($n=3$)		
批 号	延胡索乙素 (mg/g)	RSD (%)
20000721	0.021	1.54
20000723	0.019	2.79
20000804	0.024	2.23

5 讨论

含延胡索制剂中延胡索乙素的含量测定方法较多,已报道的有紫外分光光度法、薄层扫描法、高效液相色谱法、薄层紫外分光光度法等^[1~3]。本实验采用薄层扫描法测定,方便简便、快速,结果准确、可靠,可很好地控制制剂的质量。

显色后的薄层板,由于吸附在薄层板上的碘的挥发,峰面积积分值在 2 h 内很不稳定。室温下放置 2 h 挥去薄层板上的碘后测定,也可在烘箱中于 100 $^{\circ}$ C 烘烤 5 min 后测定,斑点吸收度积分值稳定,可节省时间。

参考文献:

[1] 张桂燕,王咏梅,王德军,等.薄层扫描法测定沉香舒气丸中延胡索乙素含量[J].中成药,1992,14(2):13-15.
[2] 王义海,周长征.氧化铝薄层扫描法对胃特灵片中延胡索乙素的含量测定[J].药物分析杂志,1990,10(4):239-240.
[3] 王东,宁雅君,伍雪涛,等.用 HPLC 法测定夏天无制剂中原阿片碱和延胡索乙素的含量[J].药物分析杂志,1991,11(5):296-298.

双波长薄层扫描法测定金黄膏中姜黄素的含量

林 宏,徐 莲*
(天津儿童医院 药剂科,天津 300074)

金黄膏是我院临床应用多年的外用制剂,具有清热解毒、散瘀消肿之功,治疗疮疡肿毒、丹毒流注、跌打损伤等疗效显著。本研究采用双波长薄层扫描法对其中的主药姜黄中的姜黄素进行了定量分析,效果令人满意。

1 仪器与试药

日本岛津 CS-930 双波长薄层扫描仪,高效硅胶板(青岛海洋化工厂),试剂均为分析纯。

2 方法与结果

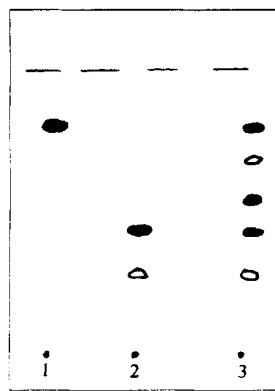
2.1 薄层层析:取金黄膏 2 g,加水 20 mL 在水浴上熔化后用氯仿萃取 3 次,每次 10 mL,合并氯仿液后浓缩移至 10 mL 容量瓶中,氯仿定容。取 10 μ L 点于高效硅胶板上,以氯仿-甲醇-甲酸(96:3:1)为展开剂,展距 10 cm,取出晾干,紫外灯下姜黄素为黄色斑点, $R_f=0.81$ (图 1)。

2.2 扫描波长的选择:取姜黄素对照品用氯仿溶解制成 1 mg/mL 的溶液,取 2 μ L 点于高效硅胶板上,

用上述方法层析展开后,在可见光 370~700 nm 范围内对斑点直接扫描。结果表明:其在 425 nm 处有最大吸收,而阴性对照液无吸收,所以以 425 nm 为测定波长,560 nm 为参比波长。

2.3 标准曲线的制备:精密称姜黄素对照品适量,用氯仿溶解后制成 0.15 mg/mL 的对照溶液,用定量毛细管分别吸取 1, 2, 3, 4, 5 μ L 对照品溶液,点于高效硅胶板上,

以氯仿-甲醇-甲酸(96:3:1)为展开剂,展距 10 cm,取出晾干,可见光下呈黄色斑点。将层析后的薄层置扫描仪中对斑点直接定位扫描。条件:反射法锯齿扫描,线性参数 $S_x=1$,灵敏度:中等;狭缝宽度:



1-姜黄素对照品 2-阴性对照 3-金黄膏样品
图 1 TLC 图

* 收稿日期: 2001-11-08

0.4 mm×0.4 mm,扫描宽度:10 mm,扫描波长:
 $\lambda_s=425\text{ nm}$, $\lambda_r=560\text{ nm}$ 将所得数据计算后得回归
方程为 $y=142\ 143.33x+254.5$, ($r=0.999\ 9$),线
性范围:0.15~0.75 μg

2.4 稳定性试验:取姜黄素对照品溶液 3 μL 点于
薄层板上依法展开,分别在 0, 20, 40, 60, 90, 120
min扫描测定,积分值的 $RSD=1.7\%$,表明测定结
果在 2 h之内稳定。

2.5 精密度试验:在同一块薄板上,点 6个 3 μL 的
姜黄素对照品溶液的斑点,依法展开,扫描,结果面
积积分值的 $RSD=2.13\%$;对同一斑点连续扫描 5
次,结果 $RSD=1.8\%$;另取 5块板如法试验,异板
间面积积分值 $RSD=2.55\%$ ($n=5$)。

2.6 回收率实验:按处方比例,配成不含姜黄素的
空白样品,在其中精密加入姜黄素 0.4mg,进行测

定,平均回收率为 99.4% , $RSD=2.02\%$ ($n=5$)。
2.7 样品含量测定:精密吸取对照品溶液和供试品
液各 3 μL 和 10 μL 点样于高效硅胶板上,依法层
析,扫描测定,按外标法进行计算,结果见表 1

表 1 金黄膏中姜黄素含量测定结果

批 号	姜黄素含量 (mg/g)
990524	0.199 5
000610	0.189 4
000820	0.199 0
010615	0.198 3
011018	0.207 0
011101	0.199 0

3 讨论

3.1 因为可见光扫描所得的标准曲线在 y 轴上截
距很小,基本上为过原点直线,符合分析要求。

3.2 在线性范围内同一薄板上用外标法测定可减
少展距和板的差别所带来的误差

复方丹参滴注液中丹参提取工艺的研究

李群力,蒋晓萌,洪小军*
(浙江尖峰药业有限公司,浙江 金华 321000)

复方丹参滴注液是由降香与丹参组成的复方制
剂,临床用于冠心病、心绞痛、心肌梗死的治疗。本实
验应用正交试验设计,以吸光度值和出膏率作为评
价指标,对丹参水提工艺条件进行了优选

1 仪器与试药

UV-265FW 型紫外分光光度计(日本岛津);野
丹参药材,购于河南灵宝,经鉴定符合《中华人民共
和国药典》2000年版一部的规定^[1]。

2 方法和结果

2.1 提取工艺要点:称取 1 000 g整理过的野丹参
适量,清洗干净,置适宜的容器中,加入纯净水,加热
到规定温度,保持一定时间后,放出药液,药液另存
放。反复 3次。合并药液,置合适的蒸发器中,加热
浓缩至规定体积,将该溶液加注射用水稀释至每 1
mL含丹参药材 1 mg,在 280 nm处测 A 值,并计算
出膏率。

2.2 正交试验设计方案:针对上述水提工艺中影响
较大的 3个因素:水提温度、水提时间、加水量进行
考察。每个因素取 3个水平,用 $L_9(3^3)$ 正交表安排实
验,以吸光值 A 及出膏率为评价指标,见表 1~ 3

表 1 丹参水提工艺因素水平表

水 平	因 素		
	A温度 (°C)	B时间 (h)	C加水量 (L)
1	80	2.0, 1.5, 1.5	16.0, 14.4, 12.8
2	90	2.5, 2.0, 2.0	14.4, 12.9, 11.5
3	100	1.5, 1.0, 1.0	12.8, 11.5, 10.2

表 2 正交实验设计

试 验 号	A	B	C	出 膏 率 (%)	A 值	综合评分 ($A\times 100-出膏率\times 10$)
1	1	1	1	5.2	0.409	-11.1
2	1	2	2	5.7	0.384	-18.6
3	1	3	3	5.1	0.376	-13.4
4	2	1	2	5.2	0.466	-5.4
5	2	2	3	5.6	0.512	-4.8
6	2	3	1	5.4	0.445	-9.5
7	3	1	3	6.5	0.687	3.7
8	3	2	1	6.7	0.703	3.3
9	3	3	2	5.4	0.607	6.7
K_1	43.1	-12.8	-9.2			
K_2	19.7	-20.1	-24.4			
K_3	13.7	-16.2	-15.5			
R	56.8	7.3	33.6			

方差分析表明,因素 A、C有显著差异,因素 B
无差异,可任意选择,选择 B₃,最佳条件为 A₃B₃C₁,
即加热温度为 100℃,加热时间为第 1次 1.5 h,第

* 收稿日期: 2001-01-24