

3.8 样品中淫羊藿苷含量的测定:称取供试品 10 g,置研钵中研成细粉,取 1.5 g精密称定,置锥形瓶中,加入甲醇 30 mL,称定质量,静置过夜,然后超声 30 min,放冷后称重,加甲醇补足质量,滤过,取续滤液 15 mL,置水浴上蒸干,残渣加流动相溶解并定容于 5 mL量瓶中,微孔滤膜(0.45 μ m)滤过。精密吸取供试品溶液各 20 μ L,进样,测定结果见表 1

表 1 海狗温肾丸中淫羊藿苷的含量(n= 3)

批 号	淫羊藿苷含量 (mg /g)
000207	0.299
000212	0.679
000216	0.882

4 讨论

4.1 海狗温肾丸为复方制剂,其中海马、鹿茸、人参以原药材粉碎入药,其他药物以浸膏入药,在鉴别方面,由于海马、鹿茸缺乏特征性的 TLC鉴别方法,且是贵重药材,故鉴别采用粉末显微的方法进行鉴别,其鉴别特征明显,具有特征性

4.2 人参的鉴别采用了显微鉴别和 TLC结合的方法,其原因是近年来市场上常有使用提取过的人参入药和使用人参茎叶总皂苷入药,使用显微鉴别和

TLC结合的方法可以避免上述现象的出现

4.3 淫羊藿是方中主药,淫羊藿苷是淫羊藿的活性成分之一,有关淫羊藿苷的含量测定,文献^[5,6]中记载的有高效液相色谱法、薄层扫描法等,其中以高效液相色谱法较多。经流动相的选择,最终选用乙腈-水(33∶67)为流动相,分离效果较佳,淫羊藿苷与其他杂质峰达到基线分离,理论塔板数达到 3 500 以上。

4.4 经方法学研究结果表明,本方法简便、准确、特征性强、重复性好、空白无干扰,可作为海狗温肾丸质量控制的方法。

参考文献:

[1] 阴健,郭力弓.中药现代研究与临床应用I [M].北京:学苑出版社,1993.

[2] 中国药典[S].1995年版.一部.

[3] 阴健.中药现代研究与临床应用II [M].北京:中医古籍出版社,1995.

[4] 阴健.中药现代研究与临床应用III [M].北京:中医古籍出版社,1997.

[5] 朱炳辉,梁艺英,莫金垣.安神补脑液中淫羊藿苷含量的高效液相色谱法测定[J].中国实验方剂学杂志,1999,5(6): 8-10.

[6] 李章万,刘三康,钱广生,等.四种含淫羊藿中成药中淫羊藿苷的含量测定[J].华西医科大学学报,1995,26(1): 66-69.

HPLC法测定双胆片中猪去氧胆酸含量

林 喆¹,肖学风²,邱智东¹,王 凯¹,董金香^{1*}

(1. 长春中医学院 中药系,吉林 长春 130021; 2. 天津中医学院 中药系,天津 300193)

双胆片是本院研制的口服治疗湿热酒毒内蕴所致的酒精性肝炎的一种新药。方中猪胆汁膏为主要药物,其有效成分为猪去氧胆酸。猪去氧胆酸测定方法已有薄层扫描法^[1,2]的报道。本实验采用 HPLC法测定双胆片中猪去氧胆酸的含量,为该制剂的质量控制提供了准确、快捷的测定方法。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(日本岛津),LC-10AD泵,示差折光检测器,DL-800色谱工作站(大连化物所);猪去氧胆酸对照品由中国药品生物制品检定所提供,经高效液相色谱法归一化纯度为 100%;猪胆汁膏经长春中医学院中药系中药鉴定教研室姜大成教授鉴定为猪科动物猪 *Sus scrofa domestica* Brisson 的胆汁的干燥品。甲醇为优级纯,其他均为分析纯

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:YW G LC18(4.6 mm $\times$ 250 mm, 10 μ m),流动相:甲醇-水(80∶20),流速:1.0 mL/min,柱温:16 $^{\circ}$ C。

2.2 标准曲线的制备:精密称取猪去氧胆酸对照品 16.00 mg,置容量瓶中,加甲醇定容,摇匀,配制成 5.00 mg/mL的对照品溶液。精密吸取上述对照品溶液 2, 5, 10, 15, 30 μ L,分别注入液相色谱仪,依法测定,以测得峰面积值(Y)为纵坐标,猪去氧胆酸对照品的进样量(X)为横坐标作图,得回归方程为 $Y= 10\,533+ 2\,886\,388.272X, r= 0.999\,6$ 在 10~100 μ g 范围内线性关系良好。

2.3 供试品溶液的制备:分别取双胆片适量,研细,精密称取 4.5 g,置索氏提取器中,加乙醇 100 mL

* 收稿日期: 2001-10-31

回流提取 6 h,提取液蒸干,加水 25 mL,NaOH 5 g,振摇溶解,于 120℃恒温加热 4 h,放冷,补充水至 25 mL,加盐酸调节 pH值 2~ 3,用醋酸乙酯提取 5 次(30, 20, 20, 20, 20 mL),合并提取液,置水浴上蒸干,残渣用甲醇溶解,并转移至 10 mL容量瓶中稀释至刻度,摇匀备用。

2.4 精密度试验:取同一供试品溶液连续进样 6次(每次 10 μ L),测定峰面积值,结果计算出 $RSD=0.77\%$ ($n=6$)。

2.5 稳定性试验:取同一供试品溶液,每 2 h进样 10 μ L,依法测定峰面积值,结果在 10 h 内稳定, $RSD=0.64\%$ ($n=6$)。

2.6 加样回收率试验:取已测含量的供试品适量,精密加入对照品适量,依法测定,结果平均回收率为 98.83%, $RSD=0.81\%$ ($n=5$)。

2.7 样品测定:分别精密吸取供试品溶液以及对照品溶液各 10 μ L,进样测定。外标两点法计算含量,结果见表 1。

3 讨论

3.1 使用的猪去氧胆酸对照品,以所列色谱条件进

行归一化测定,进样量 90 μ L时,结果其归一化纯度为 100%。

表 1 双胆片中猪去氧胆酸含量测定

批 号	猪去氧胆酸含量 (mg/g)
000801	10.45
000802	10.87
000803	10.65
000804	10.52
000805	10.27
000806	10.64
000807	10.49
000808	10.72
000809	10.78
000810	10.38

3.2 按供试品含量测定项下对不含猪胆汁膏的阴性对照品进行测定结果在 HPLC图谱上猪去氧胆酸峰相应位置上无干扰峰存在,表明同性样品无干扰。

参考文献:

- [1] 万绍辉. 肠安口服液质量标准的制订 [J]. 中药材, 2000, 23(1): 43-44.
- [2] 张文婷. 镇咳宁猪去氧胆酸的含量测定 [J]. 现代应用药学, 1996, 13(8): 32-33.

薄层荧光扫描法测定养血升白口服液 中异秦皮啶的含量

薛 暎为¹, 台 爽英^{2*}

(1. 青岛华海制药厂, 山东 青岛 266100; 2. 青岛立康医药有限公司, 山东 青岛 266071)

养血升白口服液汲取了古代医药家学术思想的精华,结合现代中医血液病学家的临床经验,以当归补血汤为基础方加味刺五加、人参茎叶皂苷、女贞子等中药组成的方剂^[1,2],具有益气补肾、养血活血功能,适用于白细胞减少症,免疫功能降低及神倦乏力、失眠多梦、饮食无味、毛发脱落等症。本实验对刺五加中的有效成分异秦皮啶采用薄层扫描法^[3]进行了含量测定。方法学考察,方法可行。

1 仪器、试药

日本岛津 CS-910薄层扫描仪,硅胶 G薄层板(青岛海洋化工厂),异秦皮啶对照品(哈尔滨商业大学食品与中药工程学院制药工程系提供,含量 99.2%,UV-MS¹³CNMR¹HNMR及 IR与文献一致^[4]),养血升白口服液(哈尔滨商业大学食品与中药工程学院制药工程系提供),试剂均为 AR级。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及扫描条件: 吸附剂: 硅胶 G, 展开剂: 环己烷-氯仿-醋酸乙酯-甲醇(10: 10: 5: 2), 扫描条件: $\lambda_{ex}=375\text{ nm}$, $\lambda_{em}=500\text{ nm}$, 狭缝: 1.25 mm $\times$ 1.25 mm, 单波长反射法锯齿扫描, $S_x=3$ 。

2.2 对照品及供试品溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备: 取异秦皮啶于 60℃下减压干燥至恒重,称取适量于容量瓶中,用氯仿溶解配制成 0.05 mg/mL 的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备: 精密量取养血升白口服液 10 mL于分液漏斗中,加水 10 mL稀释,摇匀,氯仿萃取(20, 15 mL),合并,回收,氯仿定容至 5 mL,摇匀,备用。

2.3 线性关系的考察: 精密吸取异秦皮啶对照品溶液(0.042 8 mg/mL) 1, 2, 3, 4, 5 μ L,依次点于同一