

3 讨论

微波提取技术用于沙棘叶总黄酮的提取是可行的,它具有省时、高效、节能等优点,提取效率优于超声循环提取以及索氏提取法,微波提取沙棘叶总黄酮的最佳工艺条件为:提取时间为 10 min,微波功率为 400 W,乙醇体积分数为 75%,料液比为 1:25。该工艺条件的研究为沙棘叶总黄酮提取的工业化生产建立了理论性基础,具有实际的指导意义。

References:

- [1] Hollman P C H, Hertog M G L, Katan M B. Analysis and health effects of flavonoids [J]. *Food Chem*, 1996, 57 (1): 43-46.
- [2] Zhao E L, Zhang H R, Gai Q Q, et al. Determination of sea buckthorn flavone and study of its antioxidant effect [J]. *Chem Res Appl* (化学研究与应用), 2003, 15 (2): 284-286.
- [3] Tian C J, Nan P, Chen J K, et al. Volatile composition of Chinese *Hippophae rhamnoides* and its chemotaxonomic implications [J]. *Biochem Sys Ecol*, 2004, 32: 431-441.
- [4] Liu X J, Wang Y H, Li P, et al. Extraction of total flavones

- from marc of sea buckthorn [J]. *J Beijing Univ Chem Tech* (北京化工大学学报), 2004, 31 (1): 18-21.
- [5] Huang Z Y, Wang H B, Liu Z W. Optimum extraction technology of flavonoids in sesame leaves [J]. *Transactions CSAE* (农业工程学报), 2004, 20 (6): 201-204.
- [6] Zhang M J, Qin R H, Nie J Y, et al. Extraction of flavones from leaves of *Ginkgo biloba* L. by microwave technique and optimized by experimental design and optimization [J]. *Acta Acad Med Mil Tert* (第三军医大学学报), 2004, 16 (14): 1272-1274.
- [7] Yang Q Y. *Chemistry of Natural Medicine* (天然药物化学) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 2004.
- [8] Zhao E L, Gai Q Q, Zhang H R. Investigation of microwave assisted extraction of sea buckthorn flavonoids [J]. *Food Ferment Ind* (食品发酵与工业), 2004, 30 (12): 148-150.
- [9] Yue M E, Jiang T F, Shi Y P. Fast determination of flavonoids in *Hippophae rhamnoides* and its medicinal preparation by capillary zone electrophoresis using dimethyl- β -cyclodextrin as modifier [J]. *Talanta*, 2004, 62: 695-699.
- [10] Xiao X F, Liao X F, Cui Y J, et al. Study on the new extraction methods of the flavonoids in *Lithocarpus polysachyus* Rehd [J]. *Food Sci* (食品科学), 2004, 25 (5): 112-115.

八味锡类散质量标准的研究

罗晓健¹, 张 任², 何 雁²

(1. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西 南昌 330006; 2. 江西中医学院, 江西 南昌 330006)

摘 要:目的 制定八味锡类散质量控制方法。方法 采用 TLC 法对方中的冰片、牛黄进行了定性鉴别; 采用 HPLC 法对方中青黛的靛蓝进行了测定。结果 本品定性鉴别薄层色谱特征明显, 专属性强; 靛蓝在 0.218~8.72 $\mu\text{g/mL}$ 具有良好的线性关系($r=0.999\ 9$), 平均回收率为 100.66%, RSD 为 0.88%。结论 该方法可以准确地定性、定量检测, 有效地控制八味锡类散的质量。

关键词:八味锡类散; 薄层色谱; 靛蓝; 高效液相色谱

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2006)04-0537-03

Quality standard for Bawei Xilei Powder

LUO Xiao-jian¹, ZHANG Ren², HE Yan²

(1. National Pharmaceutical Engineering Center for Solid Preparation in Chinese Herbal Medicine, Nanchang 330006, China; 2. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330006, China)

Key words: Bawei Xilei Powder; TLC; indigo; HPLC

八味锡类散是由西瓜霜、寒水石、牛黄、珍珠(豆腐炙)、青黛、硼砂、硃砂(炙)、冰片 8 味中药制成的粉末状制剂, 具有清热解毒、消肿止痛之功效, 适用于内有蕴热、外感时邪引起的瘟疫白喉、咽喉肿痛、喉闭乳蛾, 兼治结肠溃疡等^[1]。收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 12 册(WS3-B-2272)。该标准中仅有性状及检查项, 无定量项。为了提高产品质量控制水平, 本实验对方中冰片、牛黄

进行了薄层色谱鉴别, 建立青黛中靛蓝的测定方法。

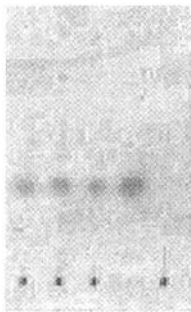
1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(Agilent 1100 型, DAD 检测器, Instrument 数据处理软件), CSF-1B 超声波清洗器(上海超声波仪器), AL104 电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司], AUW2200D 电子天平(日本岛津)。冰片对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 0743-8902)、胆酸对照品(中国药品生物制

品检定所,批号 10078-0013)、青黛对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110716-200206)、八味锡类散(北京同仁堂股份有限公司同仁堂制药厂),西瓜霜(自制,批号 050329)、寒水石(江西仁济医药有限公司,批号 20050610)、牛黄(河北保定市生化制药有限公司,批号 050225)、珍珠(豆腐浆)(浙江省诸暨市康华保健品公司,批号 030708)、硼砂(江西仁济医药有限公司,批号 20050506)、硼砂(炙)(西藏自治区医药公司,批号 041012)、冰片(江西南华医药有限公司,批号 20040429);试验用水为 Milipore 水,甲醇为色谱纯试剂,其余试剂均为分析纯。

2 定性鉴别

2.1 冰片的薄层色谱鉴别:取八味锡类散样品各 1 g,加氯仿 20 mL,超声处理 10 min,滤过,滤液作为供试品溶液。另取冰片对照品,加乙醚制成 1 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。按处方量称取除冰片外阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性溶液。



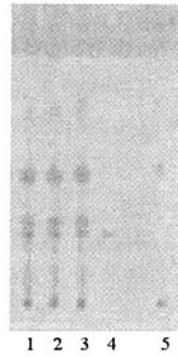
1~3-样品 4-冰片对照品 5-阴性样品
1-3-Bawei Xilei Powder 4-Boreolum Syntheticum 5-blank solution

图 1 八味锡类散中冰片薄层鉴别
Fig. 1 TLC Chromatogram of Boreolum in Bawei Xilei Powder

异辛烷-正丁醇-冰醋酸(9:5:5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%磷钼酸乙醇溶液,于 105℃干燥至斑点显色清晰。样品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性无干扰(图 2)。

3 靛蓝的 HPLC 法测定

3.1 测定波长的选择:取靛蓝对照品适量用氯仿溶解,制成溶液,在 190~500 nm 进行了光谱扫描,结



1~3-样品 4-胆酸对照品 5-阴性样品
1-3-Bawei Xilei Powder 4-Rengongniu Syntheticum 5-blank solution

图 2 八味锡类散中牛黄薄层鉴别
Fig. 2 TLC Chromatogram of Rengongniu huang in Bawei Xilei Powder

果表明靛蓝在 285 nm 处有最大吸收波长,因此本实验选择了 285 nm 为检测波长。

3.2 色谱条件:依利特 Hypersil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm)色谱柱;流动相:甲醇-0.2%醋酸(68:32);体积流量:1.0 mL/min;进样量:10 μL;柱温:30℃;检测波长:285 nm。理论板数按靛蓝峰计算不低于 1 800。

3.3 溶液的制备:精密称取靛蓝对照品 4.36 mg 置于 100 mL 棕色量瓶中,加 90 mL 氯仿超声溶解,再稀释至刻度,摇匀,得到 43.6 μg/mL 的靛蓝对照品溶液,备用。

称取八味锡类散细粉约 0.1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加氯仿 20 mL,超声震荡 30 min,滤过,残渣用氯仿 10 mL 洗涤 3 次,连同滤液一并并用氯仿转溶于 100 mL 棕色量瓶中并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,备用。

按处方量称取除青黛外阴性样品,按供试品溶液的制备方法制备。

3.4 干扰试验:在上述色谱条件下,取对照品、供试品和阴性溶液各 10 μL 进样,在对照品色谱峰保留时间相应的位置上,阴性溶液在此峰位无吸收,对样品的测定无干扰,色谱图见图 3。

3.5 标准曲线绘制:准确量取靛蓝对照品溶液 0.1、0.2、1、2、3、4 mL,分别置 20 mL 棕色量瓶中,加氯仿稀释至刻度,摇匀后分别取 10 μL 进样分析。以靛蓝峰面积为纵坐标,质量浓度为横坐标,得回归方程 $Y=68\ 603 X-0.193\ 1$, $r=0.999\ 9$ 。表明靛蓝在 0.218~8.72 μg/mL 内峰面积与质量浓度呈线性关系。

3.6 精密度试验:精密吸取靛蓝对照品溶液 10 μL,在上述色谱条件下重复进样 6 次,以靛蓝峰面积计算得 RSD 为 0.82%。

3.7 重现性试验:取样品(批号 050111) 0.1 g,共 6 份,精密称定,制备供试品溶液,在上述色谱条件下进样,测定,以靛蓝的质量分数计算得 RSD 为 1.42%。

3.8 稳定性试验:精密吸取同一供试品溶液(批号 050111) 10 μL,按 0、0.5、1、2、4、6 h 间隔进样,测

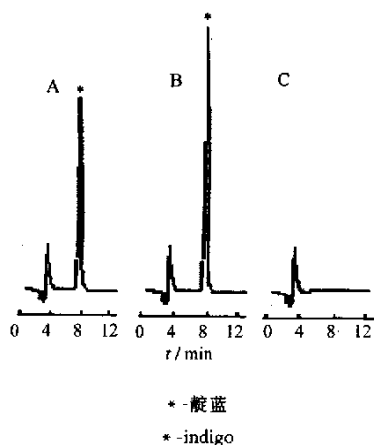


图 3 靛蓝对照品(A)、八味锡类散(B)、阴性对照(C)的 HPLC 图

Fig. 3 HPLC Chromatograms of indigo reference substances (A), Bawei Xilei Powder (B), and negative sample (C)

定靛蓝的色谱峰面积。结果表明,供试品溶液制备后 6 h 内测定色谱峰面积无明显变化,RSD 为 1.52%。

3.9 回收率试验:取八味锡类散(批号 050111)样品 6 份,每份约 0.1 g,精密称定,加入 0.32、0.38、0.48 mg 靛蓝对照品,制备供试品溶液,在上述色谱条件下进样,计算回收率,结果平均回收率为 100.47%,RSD 为 0.73% ($n=9$)。

3.10 样品的测定:取 3 个不同批号的八味锡类散粉末 0.1 g (3 份),精密称定,制备供试品溶液,在上述色谱条件下进样,测定,结果见表 1。

表 1 八味锡类散中靛蓝的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Indigo in Bawei Xilei Powder ($n=3$)

批号	靛蓝/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	RSD/%
050111	84.29	1.44
050211	79.12	0.76
050425	84.16	1.60

4 讨论

4.1 流动相的选择:对多种流动相(甲醇、0.2%醋酸、0.1%醋酸、0.1%三乙胺等)种类及不同的配比[甲醇-0.2%醋酸(90:10、80:20、70:30、60:40)、甲醇-0.1%醋酸(80:20、70:30、69:31、68:32)]进行了试验,最后选定甲醇-0.2%醋酸(68:32),样品中靛蓝与其他组分均可达到基线分离,空白对照亦无干扰。

4.2 供试品提取方法的选择:进行了超声提取、回流提取、索氏提取 3 种提取方法比较,结果在不同提取方法制备样品中靛蓝的质量分数基本不变,但超声提取杂质峰干扰小,提取时间短,故采用超声提取的方法。

4.3 供试品提取溶剂的选择:采用超声 30 min 处理的方法,比较了氯仿、甲醇、70%甲醇、醋酸乙酯、乙醚对靛蓝提取效果的影响。结果表明氯仿提取率最高且 HPLC 色谱峰对称性符合要求,因此选氯仿作为提取溶剂。

4.4 供试品提取时间的选择:采用氯仿超声提取,分别测定了提取 10、20、30、40、50、60 min 样品中靛蓝的质量分数,结果靛蓝的质量分数分别为 54.25、59.80、72.85、73.64、72.90、71.80 $\mu\text{g/g}$,表明在 30~60 min 样品中靛蓝的质量分数基本不变,故采用超声提取 30 min 的方法,以方便操作,节省时间。

4.5 结果表明,采用薄层色谱法对方中的冰片、牛黄进行定性鉴别,采用高效液相色谱法对方中青黛的靛蓝进行测定,操作简单,结果准确,重复性好,能有效地控制产品质量。

Reference:

- [1] Nie S P, Wang Y X, Xie M Y. Gas chromatography analysis for *Boreolum Syntheticum* in Bawei Xilei Powder [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2004, 26 (1): 80-82.

HPLC 法测定广东紫珠及其制剂宫复康胶囊中木犀草素

刘成红, 曹红, 邢俊波

(总后卫生部药品仪器检验所 中药室, 北京 100071)

广东紫珠为马鞭草科紫珠属植物广东紫珠 *Callicarpa kwangtungensis* Chun 的干燥地上部分,

具清热解毒、祛风活血、散瘀消肿、止血镇痛等功效, 临床用于治疗月经不调、功能性子宫出血、风湿性关

收稿日期: 2005-06-16

作者简介: 刘成红(1972—), 女, 山东烟台福山人, 理学硕士, 主管药师, 1996 年毕业于长春中医学院, 主要从事中药质量控制的研究。
Tel: (010) 66949081 E-mail: chenghongliu@mail.china.com