

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	山东郓城	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

0.2~0.3 mm,室温晾干,105℃活化 30 min,置干燥器中备用,苯 醋酸乙酯 甲醇 异丙醇 氨水 (6:3:1.5:1.5:0.5)为展开剂,置氨蒸汽饱和的层析缸中展开。扫描条件:光源 Hg 灯, K400滤光片,波长 365 nm

2 结果

2.1 干扰试验:取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液点于同一块硅胶 G板,按层析条件展开,取晾干,在 365 nm波长处扫描。阴性对照在对照品位置上无吸收,表明无干扰。

2.2 标准曲线制备:精密称取已用 P_2O_5 干燥的盐酸小檗碱对照品,用甲醇配制成 0.1 mg/mL 的盐酸小檗碱溶液,分别吸取 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0 μ L,以斑点面积积分值为纵坐标,供试品浓度为横坐标,绘制标准曲线。回归方程为 $Y=26.58X+1670.04$, $r=0.9999$ 在 0.05~0.5 μ g 范围内呈良好的线性关系。

2.3 稳定性试验:取盐酸小檗碱对照品溶液 (0.3 mg/mL),分别取 1 μ L 点于同一薄层板共 8 点,测定斑点积分面积值,隔 3 h 测定 1 次,结果 $RSD=1.42\%$ 。

2.4 精密度试验:取盐酸小檗碱对照品溶液 (0.3 mg/mL),分别取 1 μ L 点于同一薄层板共 10 点,测定斑点积分面积值,其 $RSD=2.5\%$ 。

2.5 重现性试验:精密称取同一批样品 5 份各约 0.2 g,按含量测定方法测定盐酸小檗碱含量, RSD 为 1.05%,说明该方法重现性良好。

2.6 加样回收试验:精密称取已知含量的供试样品约 0.1 g,共 5 份,精密加入盐酸小檗碱 0.2 mg,按含量测定方法进行测定,计算回收率为 97.0%, RSD 为 1.88%。

2.7 样品含量测定:取本品 5 粒,研磨、混匀,取约 0.2 g,按样品溶液的制备方法制备。将样品溶液、对照品溶液及阴性对照液适量点于同一薄层板上,按薄层层析条件展开,测定盐酸小檗碱的含量,结果见表 1。

表 1 前列安栓中盐酸小檗碱含量测定结果 ($n=4$)

批号	盐酸小檗碱 (mg/粒)	$RSD(\%)$
000927	23.5	3.20
000928	24.7	3.45
000929	26.1	3.08

3 讨论

前列安栓由黄柏、大黄、虎杖等 10 味中药组成,成分复杂,且栓剂辅料易影响有效成分的提取、分离。通过甲醇提取、碱性氧化铝柱处理,可消除其它成分干扰,保证有效成分提取完全。通过薄层扫描法测定前列安栓中盐酸小檗碱含量的方法简便、重现性好,为前列安栓质量控制提供了有效方法。

灯盏花滴丸含量测定研究

何永志¹,刘新元^{2*}

(1. 天津中医学院,天津 300193; 2. 天津市蓝恒医药化工技术研究所,天津 300204)

灯盏花滴丸是灯盏细辛经加工制成的滴丸剂,为部颁标准灯盏花颗粒改变剂型而得,用于脑血管意外恢复期及冠心病、心绞痛。灯盏花滴丸主要有效成分为灯盏花乙素,本实验对灯盏花乙素的含量进行了研究。

1 仪器与色谱条件

美国 Spectra-Physics 液相色谱仪 (SP8810 色谱泵, Spectra 100 紫外检测器, Anastar 电脑积分仪);色谱柱: 250 mm $\times$ 4.6 mm 不锈钢柱,填料为十八烷基硅烷化键合硅胶 (5 μ m);流动相为甲醇- β -磷酸 异丙醇 (44:56:2);流速: 1.0 mL/min;检测

波长: 335 nm

2 药品与试剂

灯盏花乙素对照品 (自制,归一化法检查,含量在 98% 以上),灯盏花滴丸 (自制, 42 mg/粒),辅料为聚乙二醇 4000,甲醇为色谱纯,水为纯净水。

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的配制:精密称取灯盏花乙素对照品 40.0 mg,置于 10 mL 量瓶中,加甲醇 2 mL,水浴加热使溶解,放冷,加甲醇至刻度,摇匀,精密量取此液 1.0 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,

(下转第 542 页)