

结果见表 1

表 1 淫羊藿提取物中淫羊藿苷含量 (n= 3)
Table 1 Content of icariin in *Herba Epimedii* extraction (n= 3)

批号	淫羊藿含量 / (mg° g ⁻¹)	RSD %
010411	135. 5	0. 52
010613	131. 3	0. 23
011022	128. 2	0. 89

3 讨论

本实验进行流动相选择时,曾试验了条件I 乙腈-水 (28∶ 72),II 甲醇-水 (60∶ 40),III 甲醇-乙腈-水 (45∶ 10∶ 45)和IV 甲醇-水-冰醋酸 (60∶ 40∶ 0. 5) 4种流动相体系。经比较发现,流动相I 条件下样品中的淫羊藿苷主峰与杂质峰分离度最佳,且与其他条件下色谱图有较大差异。相同供试液分别在前述 4种条件下测定,最终提取物中淫羊藿苷的含量出入甚大 (含量分别为 128. 2, 219. 0, 220. 4, 224. 6 mg /g)。从图谱和计算的结果来看,参考文献^[7]所述,条件II , III , IV测定结果偏高的原因推测

为未能将 epimedin C与淫羊藿苷有效分离,故计算值实际为两者的总和;而条件I 则有效分离,所测值为淫羊藿苷单体含量。因此,在作淫羊藿苷测定时,应注意流动相体系的选择,以求获得准确结果。

References

[1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. VolI .
[2] Zhang Y, Xiao C H, Zhong G Y, *et al.* Determination of icariin in *Epimedium* in Sichuan province by HPLC [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1995, 20(5): 265-266.
[3] He S Z, Guo B L. Quality research of *Epimedium* L. in Guizhou province [J]. *Chin J Drug Anal* (药物分析杂志), 1996, 16(5): 291-294.
[4] Shi W Z, Zhu L, Xu D S, *et al.* Determination of icariin in Migu Capsule by HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31(5): 341-342.
[5] Wang Y P, Guo B L. Quantitative analysis of total flavonoids and icariin in Xianling Gubao Capsule [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31(10): 741-742.
[6] Wang Y J, Meng X X, Li Q, *et al.* Determination of icariin in Yangchun Yuye by RP-HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1996, 27(11): 664-665.
[7] Wang M Z, Chen Y H, Xiang Y, *et al.* *Analysis of Common Chinese Herbal Medicine by HPLC* (常用中草药高效液相色谱分析) [M]. Beijing: Science Press, 1999.

导数光谱法测定疏风定痛丸中土的宁的含量

张云哲,李云霞*

(承德中药集团有限责任公司,河北 承德 067000)

疏风定痛丸是由马钱子、麻黄、乳香、没药、千年健、自然铜、杜仲等 15味中药制成的复方蜜丸制剂^[1]。具有祛风散湿、活血止痛的功效。由于君药马钱子中含有毒性较大的土的宁,因此《中华人民共和国药典》规定了土的宁的含量范围。疏风定痛丸中土的宁的分析测定方法很多,药典采用了高效液相色谱法代替以前一直沿用的薄层-比色法,然而在实际应用中,该方法存在着提取过程烦琐等缺点。本实验针对上述问题采用导数光谱法直接测定样品中的土的宁含量,结果较为满意。

1 仪器、药品与试剂

岛津 UV-2401型紫外分光光度计;土的宁对照品由中国药品生物制品检定所提供;疏风定痛丸样品由本公司生产;不含马钱子的疏风定痛丸阴性样品由乳香、没药、杜仲等 14味中药按《中华人民共和国药典》规定粉碎、混合、加蜜制成丸;正己烷、二氯甲烷、无水甲醇为色谱纯,其余均为分析纯。

2 方法与结果

2. 1 供试液的制备^[2]: 取疏风定痛丸样品和硅藻土 (2∶ 1)研匀的粉末 3份,每份 5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入氯仿 20 mL和浓氨水 0. 3 mL,摇匀,放置过夜。滤过,精密吸取滤液 10 mL,置分液漏斗中,用 0. 5 mol /L硫酸液振摇萃取 4次,每次 10 mL,将酸水层滤入 50 mL容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。再精密吸取稀释液 10 mL,置 50 mL容量瓶中,加 0. 5 mol /L硫酸液至刻度,摇匀,得供试液。
2. 2 土的宁对照液的配制: 精密称取土的宁对照品适量,置 100 mL容量瓶中,用 0. 5 mol /L硫酸液溶解,制成 0. 182 mg /mL的对照液。
2. 3 不含马钱子粉的疏风定痛丸阴性液的配制: 取不含马钱子粉的药丸和硅藻土 (2∶ 1)的研匀粉末 5 g,置具塞锥形瓶中,按 2. 1项下方法制成阴性液。
2. 4 测定波长的选择^[2]: 将不含马钱子的疏风定痛丸阴性液、疏风定痛供试液分别进行紫外光谱测定,结

* 收稿日期: 2003-01-01

果不含马钱子的疏风定痛阴性液紫外光谱在 250~280 nm 近似为一次曲线吸收,其一阶导数光谱为接近零的一条直线,因此对疏风定痛丸求一阶导数光谱可以去除其他 14 味中药的干扰。又马钱子中另一成分马钱子碱在 264.2 nm 处有一最大吸收峰,为一拐点,在 264.2 nm 处求其导数值为零,而土的宁在 264.2 nm 处的一阶导数值为其在 267 nm 处最大值的 85%,所以在 264.2 nm 处求一阶导数值可以去除马钱子碱的干扰。本实验选择在 264.2 nm 测定疏风定痛丸中土的宁的含量。

2.5 标准曲线绘制:精密吸取土的宁对照液 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 0.5 mol/L 硫酸液稀释至刻度,摇匀,分别测得在 264.2 nm 处的导数光谱值。以导数光谱值对浓度值作曲线,回归方程为 $Y = -59.03X + 0.0054$, $r = 0.9999$,线性范围为 0~0.182 mg/mL。

2.6 加样回收率试验:精密量取 5 份样品,精密加入土的宁对照品适量,测定,得平均加样回收率为 97.6%, $RSD = 1.2\%$ 。

2.7 含量的测定结果:以 0.5 mol/L 硫酸液做空白,在 264.2 nm 处测定一阶导数光谱值,结果见表 1。

2.8 对比试验:对批号 20010606 的疏风定痛丸(实际投料量为 4.20 mg/丸)分别采用两种方法进行土的宁含量测定,结果见表 2。表明导数光谱法具有用时少、用量省、减少过程损失的优点。

3 讨论

表 1 疏风定痛丸中土的宁含量测定结果 (n= 3)

Table 1 Content of strychnine in Shufeng Dingtong Pill (n= 3)				
批 号	取样量 /g	$ dA/d\lambda $	土的宁含量 / (mg·丸 ⁻¹)	RSD /%
20010606	5.000 0	0.007 8	4.19	1.95
20020429	5.002 5	0.008 0	4.30	0.81
20020526	5.004 8	0.007 1	3.85	1.56
20020527	4.999 0	0.006 8	3.68	1.36

表 2 对比实验结果 (n= 3)

Table 2 Comparison of two methods (n= 3)			
测定方法	实验用 时 /h	试剂用量 /mL	土的宁含量 /(mg·丸 ⁻¹)
HPLC	4	氯仿 (130), 正己烷 (237.5), 二氯甲烷 (237.5)	1.60
导数光谱法	1	氯仿 (60)	4.15

本实验采用导数光谱法直接测定疏风定痛丸中土的宁含量,结果准确,简便快捷,减少杂质干扰,可作为疏风定痛丸的定量分析方法。

实验中还采用 HPLC 法进行跟踪对比,结果表明导数光谱法测定结果与实际投料量相符,而 HPLC 法的测定结果偏低;导数光谱法还具有节省试剂、时间、减少过程量损失的优点。依据实验结果,导数光谱法可以作为企业内控标准来执行,以利于控制产品质量。

References

[1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol II .
[2] Li S Z, Wang C H. Determination of strychnine in Yao-tongning Capsule by differential coefficient spectrum method [J]. Chin Tradit Pat Drug (中成药), 1989, 11(10): 12.

复方鱼腥草合剂提取工艺研究

赵 萍¹, 滕惠丽^{2*}

(1. 浙江尖峰药业有限公司, 浙江 金华 321000; 2. 杭州尖峰德康药业有限公司, 浙江 杭州 311422)

复方鱼腥草合剂是根据复方鱼腥草片剂改而成,由鱼腥草、黄芩、板蓝根、连翘、金银花 5 味药组成,具有清热解毒之功能,临床上主要用于外感风热引起的咽喉疼痛、急性咽炎、扁桃体炎有风热证候者。鱼腥草、连翘、金银花 3 味药材均含有挥发油,且为活性成分,可以用蒸馏法提取挥发油,其他水溶性成分如绿原酸等,可用水煎煮提取。黄芩、板蓝根含有黄酮、靛蓝、靛玉红及多种氨基酸等,均溶于水,可

用水为溶媒,煎出其活性成分^[1]。

1 挥发油提取条件研究

1.1 鱼腥草挥发油提取试验:鱼腥草挥发油中的主要活性成分有鱼腥草素(即癸酰乙醛)、甲基正壬酮等,其水溶性成分有芦丁、绿原酸等,其中癸酰乙醛为主要活性成分,具有较强的抗菌、抗病毒作用。本实验取处方量(245 g)鱼腥草,加 10 倍量水蒸馏,分别在蒸馏后 1, 2, 3, 4, 5, 6 h 收集蒸馏液,采用薄层

* 收稿日期: 2002-11-08