

1.5 样品测定的精密度：测定了3批样品，甘草酸的CV=1.8%，绿原酸的CV=2.7%。

2 讨论

2.1 色谱条件的选择：选用C₁₈柱和C₈柱得到相符的结果，最后选用更为普遍的C₁₈柱。

流动相选用过3种，即甲醇-水；乙醇-水；乙腈-水，其中乙腈效果最好，但价格昂贵，乙醇粘度大，常引起高柱压，最后选用甲醇。

检测波长的选择：经紫外扫描，甘草酸的 λ_{max} 在254nm；绿原酸的 λ_{max} 在326nm；但在254nm也有吸收，因样品中绿原酸的含量较高，所以选择在254nm测定，不影响绿原酸的检出。

2.2 由于绿原酸的极性比甘草酸的大得多，两者在柱上的保留特性也相差很大，且样品成分复杂，因此我们采用改变流动相比比例的方法进行洗脱，使甘草酸和绿原酸能与其他杂峰分开，又缩短了分析时间。

2.3 样品的处理：由于样品是中药复方冲剂，其中赋形剂糖粉和糊精都是水溶性的，当进样量大时，易在柱中析出而堵柱子，为此，我们用80%乙醇提取，然后再稀释后进样，即可避免上述现象。

(1994-04-11收稿)

HPLC 法测定梔子产地加工炮制品酶解前后梔子甙含量

中国药品生物制品检定所(北京 100050)

赵淑杰* 鲁静 陈德昌

梔子为茜草科植物 梔子 *Gardenia jasminoides* Ellis 的成熟果实，是常用中药，具有泻火除烦，清热利尿，凉血解毒等功效^[1]。自古以来多以生品及炒黄、炒焦、炒炭、姜炙等炮制品应用于临床，其中有效成分为梔子甙。因为含有甙类的中药，多数受相应的酶易产生酶解作用，使其甙类成分降低，所以根据杀酶保甙的机理，检测梔子产地加工及炮制品酶解前后梔子甙的含量，以考察杀酶保甙的效果，为炮制和制定饮片标准奠定基础。

1 仪器、试剂与样品

仪器：岛津LC-6A高效液相色谱仪，SPD-6AV紫外检测器，C-R3A色谱处理机。

试剂：所用试剂均为分析纯。梔子甙，内标物，芍药甙，均为本所提供。

样品：梔子及炮制品(炒黄，炒焦，炒炭等)均按中国药典90版梔子项下操作。

2 色谱条件

分析柱：Nucleosil C₁₈ 10 μ m (4.5 \times 254 mm) ODS柱，流动相：水-乙腈-醋酸(86:14:0.01)，检测波长：238nm，流速：0.8ml/min，灵敏度：0.08AUFS，纸速：2mm/min，进样：10 μ l，内标法定量，内标物：芍药甙。

3 溶液制备

3.1 梔子甙对照品溶液：精密称取梔子甙约2.00mg于10ml的容量瓶中，甲醇溶解并稀释至刻度。

3.2 内标溶液：精密称取芍药甙13.00mg于25ml容量瓶中，甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，待用。

3.3 标准溶液：精密吸取梔子甙对照品溶液及内标溶液各1ml于5ml容量瓶中，甲醇定容，待用。

3.4 供试品溶液A的制备：精密称取干燥恒重的梔子及炮制品粉末(过40目筛)约100mg于三角瓶中，加甲醇-水(1:1)混合溶剂(以下简称混合溶剂)40ml，于超声波振荡器提取0.3h后，转入50ml容量瓶中，并用混合溶剂定容，摇匀，滤过，取续滤液及内标液各1ml于5ml量瓶中。

3.5 供试品溶液B的制备：精密称取供试品溶液A项下的同批样品粉末约100mg，于三角瓶中，加20ml水，置于水浴锅中，50 $^{\circ}$ C酶解2h，取出，再加入20ml甲醇摇匀，以下按供试品溶液A项下从“超声波振荡……摇匀”止，依次操作，即得。

4 测定方法及结果

4.1 校正因子的测定：取标准溶液按上述色谱条件进样10 μ l，测定校正因子3~5次，取其平均值

(下转第192页)

7 样品测定

用RP-HPLC法测定3个生产厂家共3批样品, 结果见表2。色谱分离结果见图。

表2 样品测定结果

批号	910701	8904696-4	910507
含量(%)	0.773	0.169	0.285
	0.767	0.172	0.283
	0.767	0.167	0.284
CV%	0.43	1.3	0.31

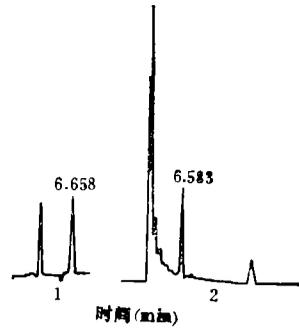


图 样品色谱图

1-对照品 2-样品液

8 讨论

经比较回流提取与超声提取二法提取效果, 认为超声60min即相当回流提取3h, 且干扰杂质减少, 穿心莲内酯达到基线分离。整个方法简便、快速、准确, 可作为穿心莲片的质量控制方法。

从测定结果可知, 不同生产厂家的样品穿心莲内酯含量存在较大的差异, 故在加工生产过程中, 应严格控制穿心莲药材及制剂的质量, 以保证临床疗效的可靠性和稳定性。

(1994-01-18收稿)

(上接第182页)

RSD<2%为佳。

4.2 供试品的测定: 根据测定的校正因子值, 按内标法计算供试品溶液A、B中栀子甙的含量并以表 酶解前后栀子甙含量比较 (n=4)

品名	栀子甙含量(%)		产地加工法	炮制温度(°C)
	酶解前	酶解后		
栀子(广西)	8.36	6.95	直接干燥	
栀子(广西)	8.44	8.16	蒸	
栀子(广西)	8.28	8.00	沸水烫	
栀子(江西)	5.74	5.61	笼煎蒸	
炒黄(江西)	5.39	5.35	"	90~130
炒焦(江西)	4.74	4.75	"	140~170
炒炭(江西)	3.61	3.47	"	180~200

酶解前后作对比, 结果见表。

5 小结与讨论

5.1 实验结果可以看出栀子甙直接干燥后, 进行酶解试验, 栀子甙含量降低。经屉蒸或沸水烫后, 再干燥的样品, 酶解前后对比, 栀子甙变化不大, 说明栀子经蒸汽或沸水烫后, 基本上起到了杀酶保甙的作用, 炮制品酶解前后栀子甙变化也不大。

5.2 栀子中栀子甙是清热泻火的主要成分之一, 且生品经产地加工后, 基本上达到了破酶保甙的作用, 生品栀子甙含量高于炮制品(因为炮制后栀子甙受温度影响, 有分解现象), 所以建议某些用于泻火除烦, 肝胆湿热等成药中用生品比较合理(2), 因不同制品用于不同功效(3)。

参 考 文 献

- 1 中国药典。一部, 1990. 203
- 2 张德昌. 中成药研究, 1986, (8): 22
- 3 吴仪洛. 本草从新. 北京: 人民卫生出版社, 1991. 139

(1994-02-28收稿)

《中草药》广告刊登办法

1. 各医药厂商, 广告公司, 出版单位欲需刊登广告, 可直接与我刊编辑部联系。
2. 广告稿要求文字简明确切, 内容实事求是(以药政宣传批文为准), 药物广告要求注明药政部门审批文号, 宣传文号(附批文复印件), 图稿要符合制版要求。并附厂商单位加盖公章的公函、刊出广告刊登的位置和版面大小要求。
3. 广告刊出后, 本刊赠寄样张及杂志。
4. 广告收费标准: 封四(黑白)1200元, 封二整面(黑白)1000元, 封三整面(黑白)1000元, 插页整面(黑白)800元。

广告稿若委托本刊设计代绘, 另加设计代绘费, 黑白稿每幅80元。