

7.31~7.52 (5H, m, 芳H)。¹³CNMR (400 MHz, CD₃OD) δ: 肉桂醇部分: 64.6 (t, ac) 126.8 (烯C, b_C), 134.1 (烯C, C_C), 127.8, 129.0, 129.8, 138.5 (芳C)。糖部分: IV中糖的δc与α-甲基-L-呋喃型阿拉伯糖武[5]、β-甲基-D-吡喃葡萄糖武[5]的δc相比, 数据基本一致, δc归属如下: 110.28 (C₁''), 83.5 (C₂''), 77.0 (C₃''), 86.2 (C₄''), 63.3 (C₅''), 103.6 (C₁'), 75.3 (C₂'), 79.2 (C₃'), 72.2 (C₄'), 78.3 (C₅'), 68.3 (C₆')。

β-(E)-肉桂醇基-O-(6'-O-α-L-吡喃型阿拉伯糖基)-D-吡喃葡萄糖武(V): 淡黄色结晶, UVλ_{max}^{EIOH} nm: 217, 251。IR_{max}^{KBr} cm⁻¹:

1512, 1576, 1607 (苯环), 1649 (C=C), 1010, 1046, 1079 (吡喃环); 3254, 3465 (OH)。

参 考 文 献

- 1 中国科学院林业土壤研究所. 东北草本植物志. 第四卷. 1980. 197
- 2 明海泉, 等. 中草药, 1988, 19(5): 229
- 3 卢布贤, 等. 中草药, 1980, 11(4): 147

¹H NMR (400 MHz, CD₃OD) δ: 3.26~4.08 (11H, m, 糖质子), 4.44~4.45 (1H, d, J=4.8, C₁'-H), 4.47~4.48 (1H, d, J=4.8, C₁'-H), 4.28~4.33 (2H, q, a_H), 6.63 (1H, d, J=16, b_H), 6.80 (1H, J=16, C_H), 7.16~7.35 (5H, m, 芳H)。¹³CNMR (400 MHz, CD₃OD) δ: 肉桂醇部分: 64.5 (t, ac), 126.6 (烯C, b_C), 133.9 (烯C, C_C), 127.8, 128.9, 129.8, 138.4 (芳C)。糖部分: V糖部分δc与α-L-吡喃型阿拉伯糖甲武[5]、β-D-吡喃葡萄糖甲武[5]的数据基本一致, 归属如下: 105.4 (C₁''), 71.8 (C₂''), 72.6 (C₃''), 69.7 (C₄''), 67. (C₅''); 103.6 (C₁'), 75.3 (C₂'), 77.1 (C₃'), 74.4 (C₄'), 78.1 (C₅'), 69.7 (C₆')。

- 4 Завесолная Г. Г. ХПС, 1982(6): 723
- 5 龚运准. 天然有机化合物的¹³C核磁共振化学位移. 昆明: 云南科技出版社, 1986. 398, 403, 404 (1994-01-25收稿)

薄层扫描法测定克淋冲剂中秦皮甲素含量

中国药品生物制品检定所 (北京 100050) 倪 龙 马双成 陈德昌 王宝琴

克淋冲剂为治疗淋病的中药新制剂, 由秦皮等4味中药组成。秦皮甲素为秦皮中有效成分。我们确定了用薄层扫描法测定秦皮甲素的定量方法〔郭希圣, 等. 药学报, 1983, 18(6): 446〕作为克淋冲剂的质量控制项目。

1 方法与结果

仪器为岛津CS-9000型薄层扫描仪, 定量毛细管 (Drummond Co USA), 试剂均为分析纯, 对照品为本所提供, 样品为天津泰利医药化工有限公司提供。

1.1 薄层色谱及扫描条件: 硅胶G-0.3%羧甲基纤维素钠为吸附剂的薄层板。展开剂: 氯仿-甲醇-水 (30:10:3) 取下层饱和溶液, 每5ml加0.1 ml甲酸。紫外光灯365nm下定位。

单波长反射法锯齿扫描λ_s = 345nm, Sx = 3, Δ“Y” = 0.10, 零点调控 = 0.0; 漂移 = 0.000。

1.2 标准曲线: 取秦皮甲素对照品, 加甲醇制成0.25mg/ml的对照品溶液, 分别点样2、4、6、8、

10μl于同一薄层板上, 按色谱条件展开, 测得峰面积值, 绘制标准曲线, 得一条通过原点的直线, 线性范围0~2.46μg, 回归方程Y = 25470 X - 1064, r = 0.9995。

1.3 精密度试验: 取同一份样品连续测定6次, 测定结果CV = 2.43%。

1.4 样品含量测定: 精密称取克淋冲剂3g, 定量加入甲醇40ml, 称重, 水浴回流2h, 放凉, 补足失去的甲醇, 充分振摇, 过滤, 取续滤液作供试品溶液。吸取供试品溶液10μl, 对照品溶液4μl, 按薄层色谱条件操作, 测得峰面积值, 按外标法计算含量。结果: 样品含秦皮甲素 (C₁₅H₁₀O₆) 1.25mg/g, CV = 3.96%。

1.5 加样回收实验: 按加样回收法测定, 精密称取已知含量的克淋冲剂1.5g, 加入秦皮甲素对照品2.06mg, 按样品含量测定项下制备样品, 照色谱条件操作, 计算得平均回收率99.88%, CV = 2.52%。

(1994-11-21收稿)