

RSD 为 1.6%,说明系统稳定性良好。

2.6 重现性试验:按样品测定方法,对同一批号样品进行 5 次平行试验,结果得 RSD 为 2.48%,说明本法的重现性良好。

2.7 稳定性试验:在室温条件下,将本品按测定方法处理后,每间隔 1 h 测定一次溶液的浓度,求算其含量,以第一次测得的含量为百分之一百计,其余与此比较计算百分率。结果 4 h 的相对含量为 99.17%,可见在 4 h 内溶液的浓度基本不变,溶液较为稳定。

3 讨论

3.1 槲皮素在植物体内以槲皮素甙的形式存在,必须经过酸水解成槲皮素后才能检测

出。槲皮素一般难溶于水,但易溶于醚、醇等,所以我们选择甲醇加硫酸为提取液。

3.2 1 g 紫菀样品,加 15 mL 乙醇,分别通过室温浸泡 6 h 及水浴上回流 3 h,槲皮素的提取均可达到平衡。前者时间稍长,但操作方便。

3.3 我们曾用无水乙醇及 60%、70%乙醇进行提取实验,结果 70%乙醇提出率最高。

参考文献

- 1 江苏新医学院主编. 中药大辞典. 上海:上海科学技术出版社,1979. 2348
- 2 刘诗平,等. 中草药,1991,22(4):182

(1996-03-26 收稿)

Determination of Quercetin in Tatarian Aster (*Aster tataricus*) by HPLC

Xia Yunyue, Jin Weikun, Chen Youting, et al

Rp-HPLC method was developed for the determination of quercetin in *Aster tataricus* L. f. ODS column was used with a mobile phase of methanol-0.4% phosphoric acid (1:1) and detected at 360 nm. The flow rate was 1.0 mL/min. External standard was used and the calibration curve was linear over the range 8~40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ($r=0.9998$). The extraction recovery was 97.39% (RSD=0.39%). The method was simple, rapid, and well reproducible. It can be used as a reliable method for the quality control of raw material.

抗感宁冲剂质量标准的研究

军事医学科学院毒物药物研究所(北京 100850) 袁珊琴* 董剑英 杨振生 顾国明

摘要 采用 TLC 法对抗感宁冲剂中鱼腥草、大黄和片姜黄进行了鉴别试验;用双波长薄层扫描法对冲剂中大黄素进行定量分析。结果表明:本方法准确,重现性好,可作为该制剂的质量控制方法之一。

关键词 抗感宁冲剂 TLC 大黄素 薄层扫描法

抗感宁冲剂系由鱼腥草、大黄等 8 味中药组成的复方制剂,具有清热解表、镇惊止痛的功能。临床用于治疗感冒发烧和流感等症。为控制该方的质量,对方中 3 味药进行了定性鉴别,并对方中大黄素进行了定量分析,结

果满意。

1 仪器与试药

CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津),硅胶 G 预制板(青岛海洋化工厂);大黄对照药材、大黄素、大黄酸对照品(中国药品

* Address: Yuan Shanqin, Institute of Pharmacology and Toxicology, Academy of Military Medical Sciences, Beijing

生物制品检定所)、抗感宁冲剂(由本室研制),所用试剂均为分析纯。

2 薄层定性鉴别

2.1 鱼腥草的鉴别:供试品溶液的制备:取本品粉末 1 g,加甲醇 30 mL,加热回流 30 min。过滤,滤液浓缩至干,加水 30 mL 使溶解,加 HCl 酸化至 pH2~3。用乙醚提 2 次,每次 20 mL。醚液蒸干,加 0.5 mL 甲醇溶解,备用。

对照药材溶液的制备:取鱼腥草对照药材 0.5 g,同法制成对照药材溶液。

空白对照溶液的制备:按处方取除鱼腥草外的各单味药,照样品制备方法制成空白对照样品。取空白对照样品 1 g,照供试品溶液的制备方法制成空白对照溶液。

薄层层析:吸取上述 3 种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-乙酸乙酯-甲醇(15:3:0.5)为展开剂,展开、取出、晾干,置紫外灯(365 nm)下检视,供试品色谱中,在与对照色谱相应的位置上显示相同的绿蓝色荧光斑点,空白对照色谱呈阴性,见图 1A。

2.2 大黄的鉴别:供试品溶液的制备:取本品 1 g,加甲醇 25 mL,超声提取 30 min,过滤。取滤液 5 mL,蒸干,加水 10 mL 溶解,再加盐酸 1 mL,置沸水中加热 30 min,立即冷却,用乙醚提取 2 次,每次 20 mL。醚液蒸干,加 0.5 mL 甲醇溶解,备用。

大黄对照药材溶液的制备:取大黄对照药材 0.1 g,同法制成对照药材溶液。

对照品溶液的制备:称取一定量大黄酸对照品,加甲醇制成每毫升含 0.5 mg 的溶液,备用。

空白对照溶液的制备:按处方取除大黄外的各单味药,照样品制备方法制成空白对照样品。取本品 1 g,照供试品溶液的制备方法制成空白对照溶液。

薄层层析:吸取上述 4 种溶液各 3~5 μ L,分别点于同一硅胶 G 板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层

溶液为展开剂,展开取出晾干后置紫外灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上显示相同的 5 个荧光主斑点;在与对照品色谱相应的位置上显示相同的橙黄色斑点,空白对照色谱呈阴性,见图 1B。

2.3 片姜黄的鉴别:供试品溶液的制备:取本品 1 g,按鱼腥草鉴别项下制成供试品溶液。

对照药材溶液的制备:取本品 0.5 g,按上述方法制成对照药材溶液。

空白对照溶液的制备:按处方取除片姜黄外的各单味药,照样品制备方法制成空白对照样品。取本品 1 g,照供试品溶液的制备方法制成空白对照溶液。

薄层层析:吸取上述 3 种溶液各 5 μ L、1 μ L 和 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-乙酸乙酯-甲醇(9:1.5:0.2)为展开剂,展开晾干,喷以 10%磷钼酸溶液。片刻后,在供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上显示相同的蓝色斑点,空白对照色谱呈阴性,见图 1C。

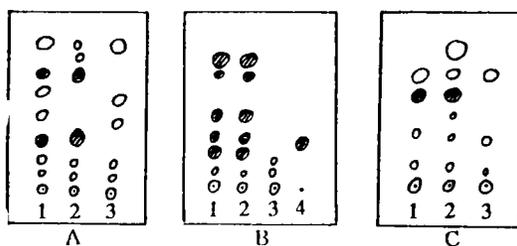


图 1 样品 TLC 图

A-鱼腥草 B-大黄 C-片姜黄

1-对照品 2-对照药材 3-空白 4-大黄酸

3 含量测定

3.1 实验条件:薄层层析:硅胶 G 板,用甲醇预试展开,展开剂同大黄鉴别项。

双波长反射锯齿扫描, $\lambda_s=440$ nm, $\lambda_R=600$ nm, $S_x=3$,狭缝 1.2 mm \times 1.2mm,灵敏度中。

3.2 方法及结果:对照品溶液的制备:精密称取大黄素对照品,加甲醇制成每 1 mL 含

0.5 mg 的溶液,备用。

标准曲线的制备 精密吸取上述对照品溶液 0.5、1.0、1.5、2.0 μL 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以上述条件展开,扫描测定。以点样量为横坐标,峰面积积分为纵坐标,绘制标准曲线。求得回归方程 $Y=37244X+1828$, $r=0.9998$ 。

样品溶液的制备:精密称取冲剂细粉约 1.5 g,准确加入甲醇 25 mL,超声提取 30 min,离心。精密吸取上清液 4 mL 于试管中,置热水浴蒸干,加 10 mL 水和 1 mL 盐酸,浸沸水浴中加热 30 min,立即冷却,置分液漏斗中用乙醚提二次,每次 20 mL。醚液合并蒸干,加 0.4 mL 甲醇溶解,得到测定总大黄素的溶液。另取上清液 18 mL,蒸干,加 10 mL 水溶解,乙醚提二次,每次 20 mL。醚液合并蒸干,加 0.4 mL 甲醇溶解残留物,得测定游离大黄素的溶液。

样品测定:吸取上述样品溶液各 4 μL ,对照品溶液 1 μL ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,展开、扫描测定。计算样品中大黄素的含量,测得总大黄素和游离大黄素的含量之差即为结合大黄素的含量。结果见表 1。

表 1 样品中大黄素的含量 (mg/g)

批号	总大黄素	游离大黄素	结合大黄素	RSD%
941124	0.0734	0.0261	0.0473	2.93
941221	0.0732	0.0250	0.0482	3.67
950127	0.0738	0.0263	0.0475	1.52
950215	0.0730	0.0254	0.0476	0.29

加样回收试验:精密称取已知含量的抗

感宁冲剂 4 份,每份 1.5 g,准确加入大黄素对照品适量,依法测定,计算回收率。其平均回收率为 99.56%, $RSD=1.38\%$ ($n=3$)。

稳定性试验:吸取大黄素对照品溶液点于薄层板上,展开,每隔 20 min 测定一次,结果在 2 h 内斑点峰面积积分值基本稳定, $RSD=1.10\%$ 。

精密度测定:吸取对照品溶液 1.5、2.0 μL ,分别点于二块薄层板上,每块板点相同量 5 点,依法展开测定,结果 RSD 分别为 1.69% 及 1.89%。

4 讨论

4.1 大黄为抗感宁冲剂中的重要成分,其主含蒽醌甙类成分,放置后易水解成游离蒽醌而失去活性^[1,2]。有关蒽醌类衍生物测定的文献报道^[3,4],一般采用将大黄水解后测定总蒽醌的方法。为观察蒽醌甙的稳定性,采用同时考虑游离蒽醌和结合蒽醌的测定方法,结果满意。

4.2 冲剂中鱼腥草、片姜黄的鉴别,方法灵敏,重现性好,其中鱼腥草的荧光斑点放久后会逐渐消退。

参考文献

- 1 苏学良,等. 药学报,1963,10(12):725
- 2 何丽一,等. 药学报,1980,15(9):555
- 3 于惠明,等. 中成药,1989,11(12):9
- 4 冯燕芹,等. 中成药,1994,16(4):19

(1996-05-27 收稿)

1996 年版《中国中医药学主题词表》征订启事

由中国中医研究院中医药信息研究所修订的 1996 年版《中国中医药学主题词表》已由中医古籍出版社正式出版,本词表是在原 1987 年版《中医药学主题词表》基础上,结合我所多年来标引和实践的经验,广泛征求全国用户反馈意见,兼收国内外主要医学词表的特点,对原词表进行了修订。新词表是一部规范化的中医药学专业主题词表,收入了大量反映学科发展和交叉渗透的新词语,收词近 7000 个,主题词附有词义注释、字顺表及树形结构表等。本词表是建立医学文献数据库、生物医学期刊标引、文献检索、图书编目必备的重要工具书。欢迎各单位订购。每本 386 元,另每本加邮寄费 10%,款到后,发票与书一并寄出。

联系单位:中国中医研究院中医药信息研究所 地址:北京市东直门北新仓 18 号 邮编:100700 联系人:王大鹏 电话:(010)64013995 开户银行:北京工商银行北新桥分理处 开户名:中国中医研究院中医药信息研究所 帐号:891349-54