

力的手段。

参 考 文 献

1 章灵华,等. 中草药,1993,24(5):246
2 章灵华,等. 中国免疫学杂志,1994,10(3):169
3 刘耕陶. 中国药理通讯,1993,9(3):4

4 侯翠英,等. 植物学报,1988,30(1):66
5 富慧谔,等. 中医杂志,1981,26(2):22
6 李虹奇,等. 中草药,1993,24(10):516
7 陈若芸,等. 药学报,1991,26:430

(1997-03-28 收稿)

Studies on the Differences Between Sporoderm-Broken and Nonbroken Spores of
Lingzhi (*Ganoderma lucidum*) by Microscopic Examination and Biochemical Estimation

Yang Xinlin, Xu Jianlan, Zhu Hesun, et al

Sporoderm-broken (SB) and sporoderm-nonbroken (SN) spores of *Ganoderma lucidum* were compared for the first time. The morphology of SB spore was quite different from that of SN spore under microscopy. The yield of reducing sugars and polypeptides from SB spore was much higher than that from SN spore extracted by three different methods. The results suggested that the components of *G. lucidum* spore could be extracted more effectively after sporoderm-broken treatment of spore.

薄层扫描法测定血脂平胶囊中洛伐他汀的含量

沈阳军区总医院药剂科(11005) 宋洪涛* 郭 涛 宓鹤鸣** 赵文军*** 潘惠鹏****

摘 要 采用双波长薄层扫描法对血脂平胶囊中的主要有效成分洛伐他汀进行了含量测定。结果洛伐他汀在检测范围内线性关系良好,相关系数为 0.9997,加样回收率为 98.1%,RSD 为 2.25% (n=5)。本法可用于血脂平胶囊中洛伐他汀的含量测定。

关键词 血脂平胶囊 洛伐他汀 薄层扫描法 含量测定

血脂平胶囊的主要成分为自制红曲。其中含有 3-羟基-3-甲基戊二酰辅酶 A (HMG-CoA)、还原酶抑制剂洛伐他汀 (lovastatin) 及其它相关成分。红曲始载于《饮膳正要》,《本草纲目》也有详细记述,《中国药典》(1995 年版)一部收于附录中,具有活血化瘀、健脾消食之功效。我们利用现代生物技术制备的血脂平胶囊有明显降低血脂作用。为控制血脂平的质量,我们利用双波长薄层扫描法对其中主要有效成分洛伐他汀进行了含量测

定。

1 仪器与试剂

CS-930 双波长薄层扫描仪(日本岛津);PBQ-1 型薄层板自动涂布器(重庆南岸新力实验电器厂);层析用硅胶 HF₂₅₄(青岛海洋化工厂);CMC-Na(上海化学试剂采购供应站分装厂);化学试剂均为分析纯;洛伐他汀(美国默莎东大药厂);血脂平胶囊(本院自制)。

2 方法与结果

2.1 薄层层析及扫描条件:0.5%CMC-Na

* Address: Song Hongtao, Shenyang General Hospital of Shenyang Military Region, Shenyang
宋洪涛,男,主管药师,药学硕士。1989 年毕业于第二军医大学,现于沈阳药科大学攻读药学博士学位。致力于中药复方缓释制剂的研究,已发表论文 10 余篇,1993 年出版了《流动注射分析的理论及医疗实践》(第三作者),参加研究的“痒痒宁口服液的研究”获 1992 年度军队科技进步四等奖,“回春至宝口服液的研究”(第三作者)获 1996 年美国世界传统医学突出贡献金奖,“心舒口服液的研究”(第四作者)获 1996 中国张家界国际中医药学会二等奖。
** -上海第二军医大学药学院 *** -沈阳军区二〇二医院 **** -天津空军医院

硅胶 HF₂₅₄薄层板(200×200×0.5 mm)。展开溶剂系统为正己烷-乙酸乙酯-乙醚-甲酸(10:8:2:0.1),展开3次,展距15 cm。254 nm紫外灯下可见荧光淬灭斑。薄层图见图1。

双波长反射式锯齿扫描,Sx=3,灵敏度×1,狭缝1.25 mm×1.25 mm,扫描速度20 mm/min,λ_S=238 nm,λ_R=350 nm。

2.2 供试品溶液及对照

品溶液的制备:供试品溶液:精密称取血脂平粉末(过80目筛)1 g,20 mL甲醇超声提取30 min,过滤,回收甲醇,定容于10 mL容量瓶中。

对照品溶液:精密称取洛伐他汀对照品10 mg至10 mL容量瓶中,甲醇溶解并定容。

2.3 线性关系的考察:

分别吸取洛伐他汀对照品溶液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μL点于同一块薄

层板上,展开,晾干,扫描测定,以点样量(μL)与斑点峰面积积分值(结果见表1)进行回归处理,得回归方程为: $y = 4.2239 \times 10^{-5} X - 2.7974$, $r = 0.9997$ 。洛伐他汀在1~5 μg范围内呈线性关系。由于工作曲线不通过原点,故采用外标二点法定量。

2.4 稳定性实验:在薄层板上点对照品溶液3.0 μL,展开,晾干,每隔20 min测定一次,共测6 h,结果表明4 h内稳定性良好,RSD为2.45%。

2.5 精密度实验:对薄层板上同一斑点连续测定5次,峰面积积分值RSD为0.59%;同一薄层板上不同位置点相同体积(30 μL)供试品溶液5点,峰面积积分值RSD为1.92%;在5块薄层板上分别点相同体积(3.0 μL)供试品溶液,峰面积积分值RSD

为2.64%。

表1 洛伐他汀对照品溶液峰面积值

点样量(μg)	峰面积值
1.0	89867
2.0	112859
3.0	137951
4.0	161943
5.0	183636

2.6 加样回收率实验:精密称取血脂平粉末(过80目筛)1 g,加10 mg洛伐他汀对照品,按供试品溶液的制备方法操作。供试品溶液与对照品溶液点于同一块薄层板上,展开,取出晾干,扫描测定,平均回收率为98.1%(n=5),RSD为2.25%。

2.7 样品含量测定:将5个批号样品的供试品溶液与对照品溶液点于同一块薄层板上,展开,取出晾干,扫描测定,结果见图1、表2。

表2 样品中洛伐他汀含量测定结果(n=3)

批号	含量(mg/g)	RSD(%)
960417	8.19	2.53
960423	10.16	3.37
960426	8.79	3.13
960505	9.41	2.85
960509	8.84	2.42

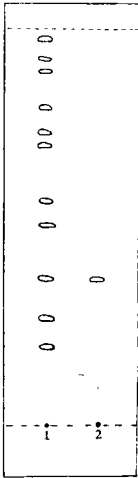


图1 薄层层析图

3 讨论

3.1 洛伐他汀为不饱和三环内脂化合物,可溶于甲醇、乙醇、氯仿、乙酸乙酯,不溶于石油醚、正己烷及中性、酸性水中^[1]。我们曾分别用甲醇、乙醇、氯仿、乙酸乙酯提取,发现用甲醇提取杂质干扰最小,提取也较为完全。由于血脂平中含有较多极性很弱的杂质,我们曾用石油醚(60℃~90℃)进行脱脂处理后再用甲醇提取,结果发现石油醚提取液中含有少量洛伐他汀,可见在石油醚中,样品中其它物质对洛伐他汀有助溶作用。故选用甲醇超声提取较为合理。

3.2 依据均匀设计法选择薄层色谱溶剂系统^[2],我们采用优选最佳溶剂系统。由于供试液中成分较为复杂且洛伐他汀类似物众多,一次展开分离不够理想而采用多次展开技术,以提高分离度。本法所得层析图谱斑点形状及分离度良好,用以测定血脂平胶囊中洛

伐他汀的含量,操作方便、结果准确、重现性好,可作为血脂平胶囊质量的检测控制方法。

参 考 文 献

1 Endo A, et al. J Antibiotics, 1979, 32: 852

2 班允东, 等. 药学报, 1989, 24(11): 841

(1997-03-04 收稿)

Determination of Lovastatin in Xuezhiping Capsule by TLC-scanning

Song Hongtao, Guo Tao, Mi Heming, et al

TLC-scanning was used to determine the content of lovastatin in Xuezhiping capsule. Experimental results showed that the standard curve is linear in the detection range. The correlation coefficient is 0.9997, average recovery 98.1% and relative standard deviation 2.25% ($n=5$). The method can be applied to determine lovastatin in Xuezhiping capsule.

薄层扫描测定母乳灵冲剂中马兜铃酸的含量

山东省中医药研究所(济南 250014) 张贞丽* 李宝国 韩 莉

摘 要 采用薄层扫描法对母乳灵冲剂中马兜铃酸进行定量分析。结果表明,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 母乳灵冲剂 马兜铃酸 薄层扫描法

母乳灵冲剂为名老中医经验方,使用几十年,临床疗效确切,现正研制成中药三类新药。该方由王不留行、关木通、漏芦等九味药组成,具有活血通乳之功效,用于产后缺乳或少乳等。关木通为该方的君药,马兜铃酸为关木通的主要成分之一。现以马兜铃酸为指标进行了定量分析,方法准确可靠,结果满意。

1 仪器与试剂

CS-920 型薄层扫描仪(日本岛津), PBQ-Ⅱ型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂),定量毛细管(进口),马兜铃酸对照品(中国药品生物制品检定所),硅胶 G(青岛海洋化工厂),母乳灵冲剂(自制,所用中药材购自济南建联中药店),试剂均为分析纯。

2 实验条件

2.1 薄层层析条件:薄层板制备:取硅胶 G,

加 3 倍量 0.3% 的 CMC-Na 水溶液,搅拌均匀,用自动铺板器制成 0.3 mm 厚度的薄层板,室温晾干后,于 105℃活化 0.5 h,置干燥器中保存备用。

展开剂:苯-甲醇-冰醋酸(17:1:0.5),上行展开,展距 14cm,自然光下检视,薄层图谱见图 1。

2.2 扫描条件:反射锯齿形扫描, $\lambda_s = 318$ nm, $S_x = 3$, 狭缝 1.2 mm × 1.2 mm, $X = 12$ mm, $Y = 15$ mm。

3 方法及结果

3.1 对照品溶液的制备:精密称取马兜铃酸对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1.0 mg 的溶液,作为对照品溶液。

3.2 标准曲线的制备:精密吸取马兜铃酸对照品溶液 1、2、3、4、5 μ L,分别点于同一硅胶

* Address: Zhang Zhenli, Shandong Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine, Jinan

张贞丽 1966 年毕业于北京医科大学药学院,研究员,主要从事矿物药及中药新药的研究工作。在矿物药领域研究中已取得三项成果,一项 1992 年获山东省医学科技进步三等奖;一项 1995 年获山东省科技进步三等奖;一项 1996 年获山东省科技进步二等奖;另外一项 1996 年鉴定为国内领先水平,以上四项均为首位。主持中药三类新药研究工作一项,正申请 I 期临床研究。参加中药三类新药研究工作四项,均主持药学部分的研究工作。