

## Determination of Paeoniflorin in Qinggan Injection by HPLC

Huang Yafei, Zhang Yongming (Affiliated Third Hospital, Sun Yatsen University of Medical Sciences, Guangzhou, 510630)

**Abstract** Qinggan Injection (QI) is a new Chinese medicinal preparation containing *Paeonia veitchii* Lynch, *P. Suffruticosa* Andr. and *Artemisia capillaris* Thumb. Paeoniflorin, the main active principle of *P. veitchii*, is responsible for the therapeutic effect of QI. Therefore, the determination of paeoniflorin is an effective means for the quality control of QI. A HPLC method is described for the determination of paeoniflorin in QI. A reversed phase system was used, including an ODS column with methanol-isopropanol-acetic acid-water (30 : 2 : 2 : 66) as the mobile phase. The column temperature was 30°C, the flow rate was 0.8 mL/min and the detection wave length was 233nm. Under this condition, the calibration curve was linear within the range from 0.2 µg/mL ~ 1.6 µg/mL with  $r=0.9941$ . The recovery of paeoniflorin in QI was 98.5%. The relative standard deviations for within-day and between-day was 3.46% and 4.72%, respectively. This method is simple, rapid, sensitive, and accurate and suitable for quantitative determination of single component in compounded preparations.

**Key Words** HPLC Paeoniflorin Qinggan Injection

## 地黄提取工艺研究

山东省中医药研究所(济南 250014)

张玲\* 徐新刚 时延增 单卫华 徐本明\*\* 李春玲\*\*

**摘要** 探讨了地黄的提取工艺条件,采用薄层扫描法,以梓醇为检测指标,考察了不同提取工艺对梓醇含量及提取浸膏量的影响,探索筛选了地黄的最佳提取工艺条件。

**关键词** 地黄 梓醇 薄层扫描法 提取工艺

地黄 *Rehmannia glutinosa* Libosch 为常用的补益中药之一,临床应用极为广泛。据文献报道,地黄的化学成分以甙类为主,其中又以梓醇等环烯醚萜甙类为主。此类化合物结构近似,极性较大,而且稳定性较差<sup>[1]</sup>。作者在研究地黄制剂制备工艺时,发现不同提取工艺对梓醇含量影响较大。为更好地发挥地黄的药用功效,笔者以梓醇为检测指标,采用薄层扫描法,考察了不同提取工艺对梓醇含量及提取浸膏量的影响,探索筛选了确保地黄制剂质量与疗效的最佳工艺条件。

### 1 仪器与试剂

仪器:CS-930 薄层扫描仪(日本岛津);

PBQ-I 型薄层自动铺板器(重庆),定量毛细管(美国)。

对照品:梓醇对照品由中国药品生物制品检定所提供。

药材:地黄药材购于济南药材站,经本所生药室彭广芳研究员鉴定符合药典规定。

试剂均为分析纯。

### 2 提取与制备工艺

2.1 水提取样品液的制备:精取地黄 500 g,共取 5 份,加入 10 倍量的水,分别加热提取 1、2 h(煎煮 3 次,每次 1 h)、3 h(煎煮 2 次,第一次 2 h,第二次 1 h)、4 h(煎煮 2 次,每次 2 h)、5 h(煎煮 3 次,分别为 2、2、1 h),分别

\* Address: Zhang Ling, Shandong Institute of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Jinan

张玲女,副研究员,中国药科大学制药化学专业毕业。从事中药制剂及中药化学的科研工作,完成多项国家及省级课题,三项研制的新药获得国家级新药证书,共发表论文 50 余篇,现任山东省中医药研究所中药制剂研究室主任。

\*\* 山东省药品检验所

合并各煎液,过滤,滤液浓缩成每毫升含1g原药材的浓缩药液。精取上述各药液5mL,置小蒸发皿中,水浴蒸干,用甲醇转移并定容至10mL量瓶中,摇匀,作为样品各供试液。

2.2 醇提取样品液的制备:精取地黄500g,共取2份,加入2倍量95%乙醇,分别加热回流提取2、4h(提取2次,每次2h),合并提取液、滤过、滤液回收乙醇并浓缩成每毫升含1g原药材的浓缩药液,余下按水提取样品供试液项下方法操作,制成95%乙醇提取2、4h的样品供试液。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取梓醇对照品1mg,加甲醇溶解,转移至2mL量瓶中稀释至刻度,摇匀,备用。

### 3 含量测定

3.1 层析条件:硅胶G薄层板:取硅胶G,加入适量0.2%羧甲基纤维素钠,自动铺板器铺成0.3mm厚的薄层板,室温干燥后,105℃活化1h,置干燥器中备用。

展开剂:氯仿-甲醇-水(14:8:1),显色剂:10%硫酸乙醇。

3.2 薄层层析:精密吸取上述不同工艺供试品溶液及梓醇对照品溶液各2μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,按上述条件展开,展距10cm,晾干,显色,105℃烘至斑点清晰,置紫外灯365nm下检视,梓醇显浅绿色荧光斑点,与其他成分斑点分离很好,Rf值为0.51,薄层图谱见图1。

### 3.3 薄层扫描定量

3.3.1 仪器扫描条件:测定波长 $\lambda_s=340$ nm,参比波长 $\lambda_R=400$ nm;反射式锯齿形扫描;线性参数 $S_x=3$ ,狭缝1.2mm×1.2mm,扫描速度20mm/min,纸速20mm/min。

3.3.2 稳定性试验:精密吸取对照品溶液点于薄层板上,层离、挥干溶剂、显色、立即扫描,再每隔15min扫描1次,结果表明,梓醇斑点在1h内稳定。

3.3.3 精密度试验:同一斑点连续扫描5次,测得峰面积值,计算RSD=0.47%;同一

薄层板上点5个相同量的各对照品斑点,测得峰面积值,计算RSD=2.19%;5块不同薄层板5个相同量的斑点测定峰面积值,其RSD=2.5%,表明具有较好的精密度。

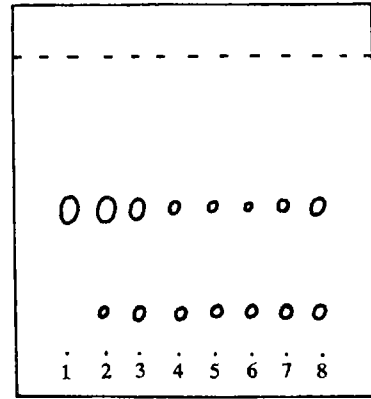


图1 不同地黄提取工艺 TLC 图谱

1-梓醇对照品 2-水提1h 3-水提2h 4-水提3h  
5-水提4h 6-水提5h 7-95%醇提2h 8-95%醇提4h

3.3.4 标准曲线的绘制:精密吸取梓醇对照品溶液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0μL,分别点于同一薄层板上,按上述条件层离扫描,以点样量为横坐标,测得斑点峰面积值为纵坐标,作图,回归方程为 $Y=2982.4X+230$ , $r=0.9998$ 。结果表明,对照品点样量在0.5μg~2.5μg范围内与其峰面积值呈线性关系。

3.3.5 样品测定:按上述方法精密吸取各供试品溶液各2μL及梓醇对照品液1、2μL,以外标两点法测定各工艺供试品中梓醇的含量,结果见表1。

表1 不同提取工艺梓醇的含量

| 样品      | 梓醇含量(%) |        |        |           | RSD(%) |
|---------|---------|--------|--------|-----------|--------|
|         | 1       | 2      | 3      | $\bar{C}$ |        |
| 水提1h    | 0.195   | 0.188  | 0.190  | 0.191     | 1.89   |
| 水提2h    | 0.157   | 0.152  | 0.156  | 0.155     | 1.71   |
| 水提3h    | 0.0773  | 0.0769 | 0.0753 | 0.0765    | 1.38   |
| 水提4h    | 0.0381  | 0.0365 | 0.0373 | 0.0373    | 2.14   |
| 水提5h    | 0.0276  | 0.0277 | 0.0284 | 0.0279    | 1.56   |
| 95%醇提2h | 0.087   | 0.084  | 0.084  | 0.085     | 2.04   |
| 95%醇提4h | 0.128   | 0.124  | 0.123  | 0.125     | 2.12   |

3.3.6 回收率试验:精取地黄1g,共取3份,分别加入对照品0.2mg,按水提1h供试品溶液制备方法和样品分析项下操作,测得平均回收率为96.1%,RSD=2.7%。

## 4 工艺比较

考虑地黄中其他甙类及糖类、氨基酸等大多溶于水,因此以提取浸膏重为指标,比较了不同工艺对上述成分提取量的影响。

精取上述不同提取工艺制备的浓缩药液各 100 mL,均取 3 份,置水浴上浓缩至相对密度为 1.20~1.22(60℃),精密称重,结果见表 2。

表 2 不同提取工艺浸膏量比较

| 样品        | 浸膏重量(g) |       |       |           |
|-----------|---------|-------|-------|-----------|
|           | 1       | 2     | 3     | $\bar{C}$ |
| 水提 1 h    | 38.59   | 39.02 | 40.62 | 39.41     |
| 水提 2 h    | 42.41   | 41.14 | 41.94 | 41.83     |
| 水提 3 h    | 37.96   | 38.22 | 38.87 | 38.35     |
| 水提 4 h    | 38.95   | 38.63 | 38.85 | 38.81     |
| 水提 5 h    | 39.62   | 39.49 | 39.09 | 39.40     |
| 95%醇提 2 h | 18.03   | 17.84 | 18.01 | 17.96     |
| 95%醇提 4 h | 21.44   | 21.61 | 21.48 | 21.51     |

## 5 小结与讨论

5.1 据报道梓醇等甙类稳定性较差<sup>[1]</sup>,而地黄其他主要药效成分大多溶于水,因此,以梓醇为检测指标,参考提取浸膏重量,评价地黄提取工艺是较为客观合理的。

5.2 据文献报道<sup>[2]</sup>,地黄中梓醇的含量约为

0.1%左右。实验结果表明,不同提取工艺对梓醇含量影响较大。随提取加热时间延长,其含量逐渐降低,加热提取 3 h,梓醇含量损失一半以上,加热提取 4 h~5 h,梓醇含量仅为加热提取 1 h 的 1/5~1/7。水提取不同加热时间对提取浸膏量影响不大。95%醇提工艺梓醇含量较水提取 1 h 及 2 h 低,且浸膏量明显低于水提取工艺,分析由于大量糖类、氨基酸等水溶性物质不溶于乙醇未能提出的缘故。经试验,50%及 70%醇提梓醇含量均不及 95%醇提工艺高。因此,综合上述实验结果,地黄以水提取 1 h~2 h 较为适宜,梓醇含量及浸膏量均较高。

5.3 由于梓醇等环烯醚萜甙类结构近似,极性较大,因此给梓醇的含量测定带来很大困难,目前国内有关文献很少。采用双波长薄层扫描法测定地黄中梓醇含量,方法简便、灵敏、快速,具有较好的精密度和准确性,可作为地黄和地黄制剂的质控方法。

### 参考文献

- 1 仇慕云. 中国中药杂志,1989,14(7):41
- 2 大塚春治. 日本生薬学雑誌,1981,35:291

(1997-08-30 收稿)

# 新癆片对西药吲哚美辛溶出度影响的探讨

厦门中药厂(361009) 林凯蓁\*

**摘 要** 以新癆片为对象,对加有吲哚美辛的新癆片进行了溶出度测定,比较了 HPMC 和 PVP 等 4 种辅料作粘合剂制得片剂的溶出度差异,探讨了中药对西药溶出速率的影响。

**关键词** 新癆片 吲哚美辛 粘合剂 溶出度 分光光度法

新癆片具有消炎止痛作用,由九节茶、三七、牛黄、珍珠层粉等药物组成。为了研究中药配用西药对西药溶出度的影响,我们以新癆片为对象,测定了加有西药吲哚美辛的新

癆片的体外溶出度,进而比较一些辅料作粘合剂对溶出度的影响。国内在这一方面的研究不多,有人<sup>[1]</sup>比较了吲哚美辛片剂,肠溶衣片和胶囊剂的体外溶出速率。笔者根据在

\* Address: Lin Kaizhen, Xiamen Herbal Medicine Factory, Xiamen  
林凯蓁 女,国家执业药师,工程师,厦门药学会副秘书长。1984 年毕业于上海中医药大学,分配至厦门中药厂,主要从事中药制剂工艺及质量的研究和管理工作。