

加王水 1 mL,水浴蒸干,以下操作同样品含量测定,其结果平均回收率为 97.204%,RSD=1.48%。

表 1 样品含量测定结果

样 品	样重(g)			A			含量均值(μg/g)
960223	0.9997	1.0001	1.0002	0.0847	0.0847	0.0848	13.903
960415	1.0004	1.0003	1.0001	0.1617	0.1619	0.1617	22.979
960609	1.0001	1.0001	1.0002	0.1275	0.1273	0.1276	18.938

2.6 稳定性试验:将制备好的供试品溶液进行分析,连续观察 100 min,结果表明:显色后 10 min 以内吸收度值稳定,10 min 以后略有升高。因此要求同一试验的几个样品的测定时间间隔尽可能小。

3 结果

3.1 pH 值的确定:参考中华人民共和国药典 1995 年版及有关文献,将此显色反应的 pH 值定在 3.0~3.5 之间,在此条件下 S²⁻能与铅、锌、汞、镉、锑等 10 余种重金属离子生成化合物而显色。

3.2 硫化钠溶液配制:本方法中所用的硫化钠溶液的配制参考了日本药典,经比较此种

2.5 重现性试验:取同一批样品,剪碎,精称 5 份,每份 1 g 于坩锅内,依样品测定法操作、分析,RSD=0.61%。

方法制得的硫化钠溶液较稳定。

3.3 实验结果表明本方法结果可靠,重现性好,其最大优点是能在一次操作中准确测出中成药中绝大部分重金属含量。

致谢:本文得到天津市药品检验所中药室吕归宝主任提供技术指导,特此致谢!

参考文献

1 中华人民共和国药典.1995 年附录 50
2 王世俊.金属中毒.北京:人民卫生出版社,第Ⅱ版
3 曹菊媛,等.中成药,1992;14(9):13
4 益阳地区药品检验所.中成药,1992;14(4):12
5 黄小健,等.中草药,1989;19(110):36
6 第十三改正日本药局方

(1997-09-03 收稿)

RP-HPLC 法测定贵阳地区不同采收期
土大黄中大黄素及总游离蒽醌含量

贵州德祥制药有限公司(贵阳 550004) 杜 鹃*
贵州省药检所 吴桂芳 刘雅华

土大黄为中成药乙肝散^[1]的主药,其原植物为尼泊尔酸模 *Rumex nepalensis* Spreng,主要成分为蒽醌类化合物^[2]。分布长江以南各省,因目前尚未形成大宗商品,各地民间多自采自用。我省产量亦大,为保证药品的质量,特采集贵阳地区不同季节的药材,用反相高效液相色谱法测定土大黄中大黄素及总蒽醌的含量,该法易行、可靠、专属性好。

1 实验部分

药品与试剂:大黄素对照品(中国药品生物制品检定所提供),试剂均为 AR 级,土大黄采自贵阳乌

当区,经贵州省药品检验所鉴定。

仪器与分析条件:仪器为 LC-6A 高效液相色谱仪,SPD-6AV 检测器,C-R2A 色谱数据处理机,色谱柱为 YWG C₁₈ 250 mm×4.4 mm,流动相甲醇-0.25%磷酸(80:20),柱温:室温,检测波长:436 nm,流速 1.1 mL/min,理论塔板数以大黄素计为 3 000,分离度和对称因子均符合要求(图 1)。

标准曲线:准确吸取大黄素对照液(0.1 mg/mL 的甲醇溶液)4、8、12、16、20 μL 进样,记录色谱,以峰面积对浓度作图,得一基本过原点的直线,回归方

* 杜 鹃 药师,学历:大专,在贵州德祥制药有限公司质检科工作。主要研究成果:反相高效液相色谱法测定“乙肝散”中大黄素的含量。研究方向:中成药定量分析。

程为 $C = 6.9862 \times 10^{-6} A + 0.0094$, 相关系数为 0.9999。计算含量可采用外标一点法, 线性范围 $0.4 \mu\text{g} \sim 2.0 \mu\text{g}$, 检测限为 $0.4 \mu\text{g}$ 。

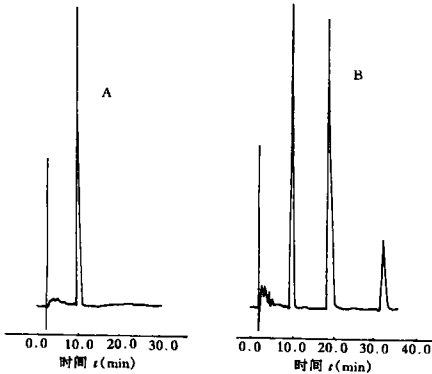


图1 样品 RP-HPLC 图
A-大黄素 B-土大黄药材

精密度、重现性、回收率: 准确吸取同一供试品液进样, 5 次结果计算得精密度的 RSD 为 1.28%; 取同一药材样品 5 份, 精密称定后按样品制备方法提取后进样, 计算得重现性的 RSD 为 2.87%; 取已测定含量的同一药材 9 份, 分别加入一定量的大黄素对照品, 按样品制备方法提取、进样、计算得平均回收率为 100.04%, RSD 为 3.06%。

样品的制备与测定: 精密称取样品适量约 0.75 g, 置索氏提取器中, 加入乙醇适量, 于水浴中加热回

流提取至无色, 提取液水浴上浓缩至约 5 mL, 放冷, 加入稀盐酸 5 mL, 氯仿 30 mL, 置水浴 (80℃ 左右) 上加热水解 30 min, 放冷, 分出氯仿液, 水液用氯仿 20、15 mL 萃取 2 次, 合并 3 次氯仿液, 挥干氯仿, 残渣用甲醇转入 10 mL 量瓶中, 并稀释至刻度、摇匀。准确吸取上清液 10 μL 进样, 测定结果列表。

表1 含量测定结果

采收时间	大黄素 含量 (%)	相对偏差 (%)	总游离蒽醌 含量 (%)	相对偏差 (%)
3 月	0.1115	0.84	0.3487	1.23
4 月	0.0302	1.25	0.0414	1.60
5 月上旬	0.0555	0.97	0.0938	1.32
5 月下旬	0.0733	0.87	0.2140	0.98
6 月	0.0695	1.37	0.1997	1.24
7 月	0.1313	1.23	0.5470	1.85

2 讨论

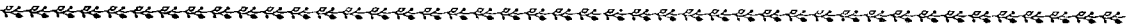
结果表明土大黄在夏季 (7 月份) 大黄素及总蒽醌含量最高。

供试品溶液的制备采用索氏提取, 提取完全, 结果易观察, 操作简便, 30 min 可水解完全。

参考文献

- 1 贵州省卫生厅编. 贵州省药品标准. 1994 版
- 2 中国医学科学院药物研究所. 中药志. 一册. 北京: 人民卫生出版社, 1993: 40
- 3 承 新, 等. 中国药科大学学报, 1994; 25(6): 335
- 4 吴振洁, 等. 中国药科大学学报, 1997; 28(2): 123

(1997-08-25 收稿)



第二届海峡两岸心血管科学研讨会召开

由中国生理学会, 中国药理学会和《世界医学》杂志社联合主办的“第二届海峡两岸心血管科学研讨会”于 1998 年 5 月 20 日~23 日在海滨城市大连隆重召开。这是继 1995 年 10 月在北京成功地召开“首届海峡两岸心血管科学研讨会”之后的又一次高学术水平的盛会。大会共收到研究论文 175 篇, 包括心血管系统基础、临床、药物研究等各个方面。共有 202 名代表参加会议, 其中有来自台湾阳明大学医学院、台大医学院、香港大学医学院等的心血管科学基础与临床的知名学者数十人; 北京协和医院、北京阜外心血管病医院、中国医科院药物研究所、上海第二军医大学等单位的著名教授、专家及科研人员也出席了会议。

这次研讨会以大会报告、专题报告和论文展示三种方式, 集中报道了近年来海峡两岸在心血管领域的研究进展。大会还特别组织了“心血管药物 (钙拮抗剂及其它)”和“中国老年收缩期高血压治疗试验”等专题报告, 代表们就当今国际上极为热门的课题切磋交流, 学术气氛热烈。可喜的是, 这次研讨会还收到了多篇有关中草药在心血管研究方面的论文, 其中“银杏叶提取物的心血管药理研究的新进展”, “几种中药成分对心脏保护作用的研究”等论文引起代表们的特别关注。

在主办单位和与会代表的共同努力下, 此次研讨会取得圆满成功。

(张光华)