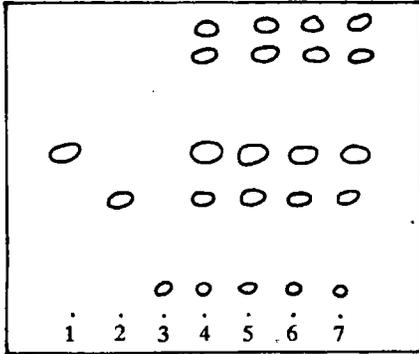


光灯(365 nm)下检视(见图1)。可见水、醇提取液的成分种类基本一致。黄连所含5种主要生物碱均存在。



1-盐酸小檗碱 2-盐酸巴马汀 3-盐酸药根碱  
4-水回流 5-50%醇回流 6-水连续回流 7-50%醇连续回流

图1 不同提取液 TLC 图

### 3 小结与讨论

3.1 实验结果表明:回流提取或连续回流提取,水和50%乙醇提取黄连有效成分的效果

基本相同。因此,用水代替50%乙醇作溶剂,既可保证提取的质量,又能降低成本。

3.2 比较回流和连续回流两种提取方式,后者可多收得7.94 mg/g的小檗碱,但受热长达6 h,实际生产中还会更长。盐酸小檗碱性很稳定,但黄连中其他生物碱在长的受热时间内会分解较多<sup>[6]</sup>。故可根据不同的目的,选择适宜的提取方式。

3.3 在操作中应注意,盐酸小檗碱易溶于热水,在冷水中溶解度很小,提取液除杂质应趁热过滤,以免盐酸小檗碱析出滤掉。

#### 参考文献

- 1 阴健,等. 中药现代研究与临床应用(一). 北京:学苑出版社,1994:569
- 2 中华人民共和国药典. 1995版(一部):610
- 3 王杰,等. 中国药学杂志,1994;29(8):490
- 4 肖崇厚,等. 中药化学. 上海:上海科技出版社,1987:102
- 5 郭平,等. 华西医科大学学报,1991;22(1):90
- 6 钱捷,等. 北京中医学院学报,1993;16(6):20

(1997-10-20 收稿)

## Study on the Extraction Process of Root of Chinese Goldthread (*Coptis chinensis*)

Gong Tao, Sun Bing, Ouyang Xuemei, et al (Pharmaceutical Factory, West China University of Medical Science, Chengdu 610041)

**Abstract** Based upon the fact that the main active principle alkaloids in root of *Coptis chinensis* are easily soluble in hot water, optimum water extraction conditions were explored by orthogonal tests in comparison with the conventional 50% ethanol extraction process. Results proved that the two methods gave very similar results, suggesting that water could be used to extract root of *C. chinensis*.

**Key words** *Coptis chinensis* berberine hydrochloride Extraction process

## 薄层扫描法测定益肾胶囊中大黄素

天津医科大学药学院(300070) 李惠芬\* 张学敏

**摘要** 应用薄层扫描法对益肾胶囊中大黄素进行了定性定量方法研究,对实验条件进行优选,排除了干扰,结果满意,加样回收率为98.66%,RSD=1.04%。

**关键词** 益肾胶囊 大黄素 薄层扫描法

益肾胶囊是由大黄、附片等多味药材组成,大黄在处方中是主药之一,具有泻热毒、破积滞、行瘀血的功能,其泻下作用的主要成

分为蒽醌类苷及苷元,因此以大黄素作为大黄制剂的测定指标,应用双波长薄层扫描法测定了益肾胶囊中大黄素的含量。

\* Address: Li Huifen, College of Pharmacy, Tianjin University of Medical Sciences, Tianjin

## 1 仪器与试剂

日本岛津 CS-930 型双波长薄层扫描仪, 大黄素标准品(中国药品生物制品检定所), 定量点样毛细管(USA)。益肾胶囊(同仁堂制药厂提供), 自铺硅胶 G 薄层板(硅胶 G 为  $10\ \mu\sim 40\ \mu$  青岛海洋化工厂), 阴性对照品(除去大黄素, 按处方及工艺制备成模拟制剂), 所用试剂均为分析纯。

## 2 实验条件选择

2.1 提取方法: 试验比较了①醇类溶剂浸提法: 取胶囊内容物, 用甲醇  $40\ ^\circ\text{C}$  水浴浸提 3 h, 提取游离蒽醌类; ②双相水解提取法: 精密称取样品粉末 4.0000 g, 加入 60 mL 2.5 mol/L 硫酸溶液, 水浴回流 4 h, 转至分液漏斗中静置, 分出氯仿层, 再分别用氯仿 60、50、40 mL 萃取酸水层, 至氯仿层颜色变淡, 合并回收氯仿液, 残渣加无水乙醇溶解, 滤过, 定容 5 mL 作为供试品溶液。结果显示: ①法虽简单, 但未经水解, 所提取的仅为游离蒽醌类成分, 而该胶囊中所含游离蒽醌成分甚微, 不利于含量测定; ②法则克服以上不足, 测定总蒽醌。因此我们采用②法提取液作为供试品溶液。

2.2 薄层色谱条件: 硅胶板: 取硅胶 G 2 g, 加 1.0% CMC-Na 约 5 mL 铺成 10 cm 薄层板, 厚约 0.5 mm,  $105\ ^\circ\text{C}$  活化 1 h。

展开剂: 曾试验比较以下 4 种展开剂体系: ①石油醚-环己烷-乙酸乙酯(1:3:1.5), ②环己烷-乙酸乙酯-氯仿-冰醋酸(10:4:1:0.2), ③石油醚-二甲苯-甲苯-甲醇(4:1:1:2), ④石油醚-乙酸乙酯-冰醋酸(15:2:1)。

结果选择第②种为展开剂, 层析效果好。

测试与参比波长选择: 将大黄素标准品的乙醇液适量点于薄层板上, 按上述条件展开, 进行光谱扫描( $370\ \text{nm}\sim 700\ \text{nm}$ ), 绘制吸收光谱图, 选定大黄素测定波长为  $\lambda_s = 430\ \text{nm}$ , 参比波长为  $\lambda_R = 540\ \text{nm}$ 。

扫描条件: 反射法双波长锯齿扫描,  $\lambda_s = 430\ \text{nm}$ ,  $\lambda_R = 540\ \text{nm}$ 。狭缝  $1.2\ \text{mm}\times 1.2$

mm, 线性参数  $S_x = 3$ 。

2.3 标准溶液的配制: 精密称取大黄素标准品 0.0130 g, 用无水乙醇定容 10 mL, 得 1.30 mg/mL 标准溶液①, 再精密取 2.5 mL, 以无水乙醇定容 5 mL, 得 0.65 mg/mL 标准溶液②。

2.4 线性关系考察: 分别吸取 2.3 项标准溶液 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0  $\mu\text{L}$ , 点于同一薄层板上展开, 按扫描条件扫描, 得大黄素标准曲线方程:

$$A_1 = 12\ 353.78 + 39\ 411.90C_1, r = 0.9914;$$

$$A_2 = 10\ 101.87 + 42\ 915.31C_2, r = 0.9989.$$

结果表明大黄素点样量在  $0.65\ \mu\text{g}\sim 3.90\ \mu\text{g}$  范围内线性良好。

2.5 精密度、重现性及稳定性考察: 精密度试验: 同一斑点连续扫描 8 次, 大黄素的测定结果  $\text{RSD} = 0.06\%$ , 表明仪器重现性良好。

同板重现性: 准确吸取相同量供试品溶液点于同一薄层板上, 展开, 扫描, 测得大黄素峰面积,  $\text{RSD} = 3.59\%$ , 表明重现性良好。

异板重现性: 按同板重现性测定方法点样于 2 块板上, 测定结果  $\text{RSD} = 3.15\%$ , 表明异板重现性良好。

稳定性实验: 精密吸取 2 份供试品液 10  $\mu\text{L}$ , 与 1 份标准溶液 9  $\mu\text{L}$ , 点于薄层板上, 稳定后, 每隔 1 h 测定, 结果 8 h 内稳定, 峰面积基本不变, 见表 1。

表 1 稳定性试验

样品	1	2	3
即刻	115 805.9	116 801.4	89 572.0
8 h 后	115 292.8	116 092.0	88 950.4
偏差(%)	0.44	0.61	0.69

## 3 样品测定

3.1 定性分析: 吸取标准液②、供试品溶液、阳性、阴性对照品液 2  $\mu\text{L}$  分别点于同一薄层板上, 以上述展开剂②展开。供试品色谱中, 在与标准品相应的位置上, 具有相同的黄色斑点, 且阴性无干扰, 见图 1。

3.2 定量分析: 标准品溶液的制备见 2.3 项, 供试品溶液的制备见 2.1 项②法。准确吸取供试品溶液 10  $\mu\text{L}$ , 并随行点标准品溶液

②1 μL 于同一薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯-氯仿-冰醋酸(10:4:1:0.2)为展开剂,展开,扫描,计算结果见表2。

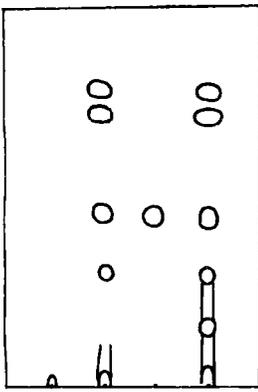
3.3 回收率试验:按照样品测定项(3.2项)平行精称10份相同量样品,其中5份定量加入标准品制成回收溶液,依法测定加样回收率,结果:

$$\bar{x} = 98.66\%$$

$$RSD = 1.04\% (n = 6)$$

表2 样品测定结果

样品	胶囊中大黄素测得值	计算含量(%)	平均含量(%)	RSD(%)
1	71 002.8	0.117		
2	72 733.0	0.119		
3	72 854.4	0.120	0.119	1.15
4	71 468.3	0.117		
5	72 832.4	0.120		
6	72 615.6	0.119		



1-阴性对照 2-大黄对照品 3-大黄素标准品 4-益肾胶囊

图1 层析图

#### 4 讨论

4.1 应用薄层扫描法测定益肾胶囊中大黄素含量,采用氯仿酸水双相提取后,不经分离直接以薄层板测定,方法简便易行;曾试用紫外法测定大黄素含量,以氯仿、酸水双相提取后,还需酸碱及有机溶剂反复萃取除去杂质。

4.2 比较了未经水解直接浸提与酸水水解后氯仿回流提取2种方法,发现前者所提大

黄素甚少,不利定量分析,后者提取完全,以总蒽醌定量,能反映该中药制剂含量。

4.3 薄层层析条件的选择决定了成分的分离效果,尤其是对于成分复杂的中成药显得更加重要。我们曾比较4种展开体系,分离效果以环己烷-乙酸乙酯-氯仿-冰醋酸(10:4:1:0.2)为好,使大黄素与下端的芦荟大黄素斑点相距较远,利于定量扫描。根据成分与展开剂的极性分析及除杂要求,使用酸性展开剂可使蒽醌成分分离的斑点更加集中,便于定量。

4.4 薄层板的选择:曾使用青岛海洋化工厂生产的硅胶薄层板及高效硅胶薄层板,因薄板薄,分离拖尾,故改用自铺厚0.5 mm板,展开后斑点清晰,无拖尾,符合定量要求。

4.5 限量范围:曾以大黄阳性单味药作为对照品,按样品测定方法测定大黄素含量,得到大黄素含量限定范围为0.116%~0.142%,样品所测得的含量均在该范围内,符合要求。

#### 参考文献

- 1 中华人民共和国药典,1990年版(一部):15
- 2 沙世炎,等. 中草药有效成分分析法(上册). 北京:人民卫生出版社,1982:21
- 3 孟宪纾,等. 中成药分析. 北京:人民卫生出版社,1990:250
- 4 彭继峰,等. 中成药,1994;16(7):20
- 5 林军,等. 中成药,1994;16(9):13
- 6 张志荣,等. 华西药学杂志,1994;9(4):225
- 7 董林,等. 华西药学杂志,1992;7(1):63
- 8 Bleier W. Scientia Pharm,1976;44:140
- 9 Khafagy, et al. J Drug Res Egypt,1974;6:47

(1997-12-31 收稿)

### Determination of Emodin in "Yishen Capsule" by TLC Scanner

Li Huifen and Zhang Xuemin (Tianjin Medical University, Tianjin 300203)

**Abstract** Emodin in "Yishen Capsule" was determined qualitatively and quantitatively by TLC scanner. The method is simple, accurate, sensitive, and reproducible. The average recovery was 98.66%, coefficient of correlation was 0.9952, coefficient of variation 1.04%. Results showed that this method is suitable for the quality control of "Yishen Capsule".

**Key words** Yishen Capsule emodin TLC Scanner