

芍药苷对照品由中国药品生物制品检定所提供,乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:十八烷基硅烷键合硅胶柱 Kromasil-C₁₈ (4.6 mm×200 mm);流动相:乙腈-0.025 mol/L 磷酸溶液(用三乙胺调节 pH 值至 3.1~3.3)(12:88);检测波长:230 nm;柱温、室温;流速:1 mL/min。

2.2 样品供试液的制备:取本品研细,精密称取粉末药 1 g,加甲醇 20 mL,超声处理 1 h,放冷,滤过,滤液通过一预先填好的中性氧化铝柱(200~300 目,4 g,内径 10 mm),残渣以甲醇洗脱,收集洗脱液置 50 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,取续滤液,作为供试品溶液。

2.3 空白样品液的制备:取除去白芍、赤芍的其余药材按处方及工艺制备阴性对照样品,并按供试品溶液制备方法制备空白对照溶液。

2.4 线性关系考察:精密称取 80℃干燥至恒重的芍药苷对照品,加甲醇溶解并制成 0.4428 mg/mL 的溶液。再精密量取 0.3、0.7、1.1、1.5、2.0 mL 分别置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,分别进样 20 μL,按上述色谱条件测定,以峰面积积分值为纵坐标,芍

药苷含量为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $Y=2172.82+1226347.32X$, $r=0.9999$,表明芍药苷的进样量在 0.26~1.80 μg 的范围内呈良好的线性关系。

2.5 空白试验:分别取供试品溶液、对照品溶液及空白对照溶液各 20 μL,注入液相色谱仪,结果供试品色谱图中在与对照品芍药苷峰处有保留时间相同的色谱峰,而空白对照在该处没有色谱峰出现,证明其它药材对芍药苷峰的检出无干扰。

2.6 重复性试验:取本品研细,精密称取 5 份,按上述方法及色谱条件测定,芍药苷平均含量为 4.33 mg/g, $RSD=1.8\%$ 。

2.7 加样回收试验:精密称取已知含量的样品 5 份,分别精密加入不同量的芍药苷对照品,按上述色谱条件测定,计算回收率,结果平均回收率为 98.86% ($n=5$)。

3 讨论

在样品测定过程中,分别测定了白芍和赤芍的芍药苷的含量,结果赤芍中芍药苷含量为 27.0~40.3 mg/g,白芍中芍药苷的含量为 9.1~9.5 mg/g,两者相差约 3 倍。

(1998-12-10 收稿)

薄层扫描法测定痰咳清中麻黄碱含量的研究

广州中药一厂(510130) 程艳阳 苏碧茹 冯所安 陈创然 罗清*

痰咳清为治疗肺热、咳嗽的方剂,由麻黄等中药组成。麻黄的主要成分麻黄碱具有发汗散寒,宣肺平喘之功效^[1]。我们用双波长扫描法对其含量进行了研究。

1 仪器和试剂

岛津 CS-9000 双波长飞点扫描仪(日本),CAM-AG 点样器、自动铺板机,硅胶 G(青岛海洋化工厂),麻黄(购于广州市药材公司),盐酸麻黄碱对照品(购于中国药品生物制品检定所),痰咳清自制,所有试剂均为分析纯。

2 薄层鉴别

2.1 供试液的制备:取样品约 6 g,于索氏提取器中

用 85%乙醇 250 mL 提至无色,回收乙醇至无醇味,用 1 mol/L NaOH 调 pH 至 12~13,加 1 g NaCl 振荡溶液,用乙醚萃取 5 次,每次 20 mL,合并乙醚液,低温蒸干,残渣加甲醇溶解定容至 5 mL。

2.2 药材对照液的制备:称取麻黄药材 1 g,于索氏提取器中用 85%乙醇提取 2 h,蒸干,残渣加甲醇溶解定容至 2 mL。

2.3 阴性对照液的制备:取除麻黄外的其它药材,按处方比例制成阴性样品,再按供试液项下制备方法制备。

2.4 标准对照溶液的制备:精密称取盐酸麻黄碱标准品 5 mg,用甲醇溶解定容至 5 mL,制成 1 mg/mL

* 广州中医药大学 1997 届实习生。

的甲醇液。

2.5 薄层层析:吸取供试液、药材对照液、阴性对照液、标准对照液各 2 μ L,分别点于同一含羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 板上,以氯仿-甲醇-氨水(20:5:0.5)展开,取出晾干,以 0.1%茚三酮乙醇液为显色剂,显色约 5 min,结果样品供试液、药材对照液、标准对照液在相应的位置上有紫红色的斑点,阴性液则无。

3 含量测定

3.1 扫描条件^[2~5]:将显色后的层析板置扫描仪中,测定斑点的吸收光谱,结果测得 λ_{\max} =520 nm, λ_{\min} =650 nm,实验采用 λ_s =520 nm, λ_R =650 nm, S_x =3,采用双波长锯齿扫描。

3.2 标准曲线的绘制:分别准确吸取盐酸麻黄碱标准品 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μ L 各 3 点,点于同一薄层板上,按选定的色谱条件展开显色后,分别测各斑点的峰面积积分值,以浓度为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,结果表明,盐酸麻黄碱在 1.16~4.6 μ g 范围内呈线性关系,对所得数据进行回归分析,得回归方程 $Y=18149.05+13761.38X$, $r=0.9962$ 。

3.3 稳定性试验:将层析显色后的薄层板放冷后,测定峰面积积分值,比较稳定,峰面积积分值基本不变($RSD=2.0\%$)。

3.4 精密度考察:在同一薄层板上点 10 个 3 μ L 的

对照品溶液,展开,测定,结果表明: $RSD=1.7\%$,重现性较好。

3.5 样品测定:精密称取样品约 6 g,按制备方法制备供试液,用定量毛细管分别吸取供试液 2 μ L,标准对照液 1、3 μ L 点于同一薄层板上,按“标准曲线项”下展开显色后测定,用外标两点法计算样品麻黄碱的含量,见表 1。

表 1 样品中麻黄碱含量

批号	取样量 (g)	含量 (mg/g)	平均含量 (mg/g)	RSD(%)
970401	6.1378	1.529		
970402	6.2406	1.502	1.511	3.57
970403	6.2618	1.492		
970404	6.1809	1.521		

3.6 回收率试验:取已知含量的样品共 4 份,分别加入一定量标准品,按供试液项下制备方法制备供试液,然后分别准确吸取供试液点于同一薄层板上,按“样品测定”项下方法测定麻黄碱的含量并计算回收率,平均回收率 95.9%, $RSD=1.51\%$ 。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典.一部.1995:285
- 2 王维彬,等.中草药,1992,23(5):245
- 3 王福利,等.中草药,1993,24(6):303
- 4 程怡,等.中成药,1990,12(6):15
- 5 贾元印,等.中草药,1990,21(1):19

(1999-02-01 收稿)

(上接第 494 页)

结果表明,在本实验采用的硅胶柱层析及洗脱系统中,活性成分集中在氯仿-甲醇比为 98:2~80:20 部分,而且成分不止一种,极性有强弱之分。目前正在将各活性组分进一步纯化,得到纯化合物进行结构测定与分析,为相关抗肿瘤药物的分子设计提供有用的参考。

参考文献

- 1 章灵华,等.西北药学杂志,1993,8(1):31
- 2 韩玉复,等.中药材,1995,18(5):266
- 3 王芳生,等.药学报,1996,31(3):200
- 4 Sone Y, et al. Agric Bio Chem,1985,49(9):2641
- 5 闵三弟,等.食用菌学报,1996,3(1):21
- 6 Yang Xinlin, et al. J Beijing Institute of Technology, 1997,6(4):336
- 7 Kubota T, et al. Helv Chim Acta, 1982,65(2):611

(1998-08-20 收稿)

清华科技函授学院中医专业招生

为继承和发展祖国医学,培养具有专业技能的中医人才,本校继续面向全国招生。选用 12 门全国统编中西医函授教材,与当前全国高等教育自考相配合,聘请专家教授进行教学,全面辅导和答疑。愿本校能成为您医学道路上的良师益友。凡具中学程度者均可报名,详见简章。附邮 5 元至合肥市望江西路 6-008 信箱中函处即寄。邮编:230022。电话:0551-3644909