

上,依法测定, $RSD=0.7\%$

2.2.5 稳定性试验:对同一斑点,每隔 30 min 扫描一次,共 6 次, $RSD=1.5\%$,表明本品在 3 h 内稳定。

2.2.6 回收率试验:称取已知含量的样品,加入定量的没食子酸对照品,依样品测定法测定,平均回收率为 94.6%, $RSD=1.17\%$ 。

2.2.7 样品测定结果:精密吸取供试品溶液 10 μ L,标准品溶液 2.4 μ L 交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述薄层色谱条件测定,结果见表 1。

表 1 样品测定结果

批号	含量(mg/g)(n=3)	RSD(%)
980307	0.0651	1.2
980312	0.0639	2.0
980320	0.0618	1.6

2.2.8 取与成品同法制成的缺没食子酸的样品,按样品测定法试验,在与没食子酸相应的位置上不显相同颜色的斑点。阴性对照无干扰。

3 讨论

3.1 成品中含有大量的水溶性杂质,利用没食子酸

含有酚羟基,易与聚酰胺结合的特性,先用水洗脱,弃去水溶性杂质,再用乙醇洗脱没食子酸。采用本法试验,杂质干扰少,结果理想。

3.2 文献中还未见测定叶下珠中没食子酸含量的报道,应用上述测定方法,我们对厂方提供的叶下珠药材及市售药材进行含量测定,结果在 0.10~0.12 mg/g 之间,该方法回收率为 93.4% RSD 为 2.2%,重现性 RSD 为 2.44%,实验结果表明上述方法亦可作为原药材含量测定方法,用以控制原料药质量。

参考文献

- 1 姚庆强,等. 药学报,1993,(28)11:829
- 2 林 励,等. 中国中药杂志,1997,(22)3:149
- 3 万振先,等. 中草药,1994,(25)9:455
- 4 季宇彬. 中药有效成分及药理与应用. 哈尔滨:黑龙江科技出版社,1995:203
- 5 徐国钧. 中药材粉末显微鉴定. 北京:人民卫生出版社,1986:750
- 6 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京:中国医药科技出版社,1994

(1999-01-11 收稿)

复方制剂女金丹中阿魏酸的测定

宁夏大学化学科学与工程系(银川 750021)

杨文远* 王天勇

宁夏回族自治区人民医院

王金山

女金丹为中国药典收录的常用重要中药复方制剂,由当归、川芎、白芍、熟地黄等多味中药组成^[1],功能调经养血,理气止痛,其中当归补血活血、调经止痛,川芎活血行气、祛风止痛,以上两味中药为女金丹的主药。当归、川芎均含有阿魏酸,且阿魏酸是该两味中药的主要有效成分^[2]。本研究采用 RP-HPLC 法直接分离和测定了该制剂中阿魏酸。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂:高效液相色谱 LC-6A 系统,SPD-6AV 紫外检测器,SLC-6A 系统控制器,C-R3A 数据处理系统,SPD-M6A 光电二极管阵列检测器,CSF-1A 超声波发生器,Millipore 溶剂过滤系统。阿魏酸标准品,中国药品生物制品检定所;女金丹,昆明生达制药有限公司。

1.2 样品溶液的制备:取一定量的女金丹,粉碎混匀,精密称量 5.0 g 样品置索氏提取器中,加入 100 mL $CHCl_3$ 提至馏出液完全无色,提取液回收溶剂,残渣用流动相溶解并定容至 10 mL,制成样液经 Millipore 溶剂过滤系统过滤后,供进样用。

1.3 色谱条件:色谱柱:Shim-pock CLC-ODS 150 mm $\times$ 6.0 mm(5 μ m),带有前置保护柱。流动相:甲醇-水-冰乙酸(37:62:1),临用前以微孔滤膜过滤并经超声脱气处理。紫外检测波长 322 nm,灵敏度 0.08 AUFS,流速 0.8 mL/min,柱温室温。

1.4 标准溶液的制备与线性实验:精密称取阿魏酸对照品 6 mg,用甲醇-水(1:1,水中含 1.0%冰乙酸)溶解后定容为 10 mL,然后用流动相稀释成每毫升含阿魏酸为 0.01,0.03,0.05,0.07,0.09 mg 系列

* 杨文远 男,工程师,1987 年毕业于宁夏大学化学系,获理学学士学位。主要从事中草药有效成分分离测定及药物质量标准的研究工作。先后在《中草药》、《中国中药杂志》、《中医药学报》、《分析试验室》、《分析测试学报》等刊物上发表论文 30 余篇。

标准液。按上述色谱条件每次进样 5 μ L,以峰面积对浓度回归,得回归方程为: $Y=331835.00 X+1583.85$, $r=0.9906$,在 0.01~0.09 mg/mL 范围内呈良好线性。

1.5 样品测定:在与标样分析相同的色谱条件下,将 1.2 项制备的样品溶液进样分析,每次进样 5 μ L,由 C-R3A 数据处理系统给出样品谱图,见图 1。

2 结果与讨论

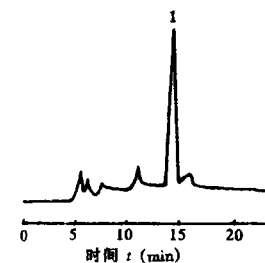


图 1 样品色谱图

2.1 精密度实验:在上述色谱条件下,用浓度为 0.05 mg/mL 的阿魏酸标准溶液进行分析,平行进行 6 次,每次为 5 μ L,测定每次的峰面积,求得的 RSD 为 0.87% ($n=6$)。

2.2 回收率测定:称取已测知含量的女金丹样 3

份,每份 5.0 g,各加入阿魏酸标准品 0.2 mg,同样按样品的制备及分析方法进行测定,测得阿魏酸平均回收率为 96.15%, RSD 为 1.68% ($n=3$)。

2.3 样品分析结果:按 1.2 制备样品溶液。在上述色谱条件下,精密进样 5 μ L,按回归方程计算出其中阿魏酸的含量,待测样品平行测定 3 次,测定了 2 个批次样品(批号:970902,930303),结果阿魏酸含量及 RSD 分别为 42.3 mg/g,0.67%;43.5 mg/g,0.35%。

2.4 峰纯度检测:将标样溶液加到样品液中进行 HPLC 加样分析,谱图能完全重合,进而用 SPD-M6A 二极管阵列检测器进行阿魏酸色谱峰纯度检验,测得其匹配因子大于 999,证明峰纯度良好。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典一部.北京:人民卫生出版社,1995:386
- 2 王筠默,等.中药研究与文献检索.上海:上海远东出版社,1994:181,472

(1998-11-23 收稿)

补中益气冲剂质量标准探讨

柳州市中西医结合医院(545005) 罗冬萍

补中益气冲剂是我院在经典处方基础上加减剂型改革研制而成的冲剂,使用多年,疗效确切、稳定。本冲剂由以黄芪为主的 10 味中药组成,成分复杂,相互干扰严重,因而质量控制难度大。本文对成药中黄芪甲苷进行了含量测定方法的研究。

1 仪器与试剂

岛津 CS-9000 型薄层扫描仪,微量毛细管(Drummond Co),D101 型大孔吸附树脂(天津制胶厂),黄芪甲苷(中国药品生物制品检定所),补中益气冲剂(本院制剂室)。所用试剂均为析纯。

2 实验条件

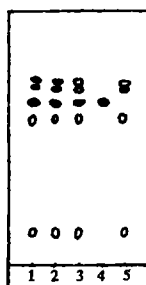
2.1 层析条件:吸附剂为硅胶 G-0.15% CMC-Na 薄层板(10 $\times$ 20 cm,厚约 0.4 mm),110 $^{\circ}$ C 活化 0.5 h,置干部器中备用。展开剂:氯仿-甲醇-水(65:35:10)10 $^{\circ}$ C 以下放置,取下层液。显色剂:5%硫酸乙醇。显色条件:105 $^{\circ}$ C 烘约 5 min。

2.2 扫描条件:单波长反射法锯齿扫描 $\lambda_s=400$ nm,狭缝 1.25 $\times$ 1.25 mm,线性参数 $S_x=3$ 。

2.3 对照品溶液与供试品溶液的制备:精密称取黄

芪甲苷对照品,用甲醇制成 1 mg/mL 的对照品溶液。

取补中益气冲剂 6 g,加水 10 mL 搅溶,用水饱和正丁醇 20、15、10 mL 萃取。合并正丁醇液,以 5%碳酸氢钠溶液洗涤 3 次(10、10、5 mL),以水 10 mL 洗涤一次。弃去水层,取正丁醇溶液置水浴上蒸干,残渣以水 5 mL 溶解,加入 D101 型大孔吸附树脂柱(1 $\times$ 12 cm)内,用水 50 mL 洗脱,弃去水液,再以



1-1 批 2-2 批
3-3 批 4-黄芪
甲苷 5-空白

图 1 薄层图

70%乙醇 30 mL 洗脱。收集洗脱液,蒸干。残渣以甲醇 2 mL 溶解,作为供试品溶液。

2.4 薄层层析:吸取对照品溶液 2,4 μ L,供试品溶液各 2 μ L,分别点上述层析板上,以氯仿-甲醇-水(65:35:10)为展开剂,5%硫酸乙醇为显色剂,105 $^{\circ}$ C 烘约 5 min,扫描测定,见图 1。

3 线性关系

精密称取黄芪甲苷配成 1 mg/mL 溶液,点样 1,2,3,4,5 μ L 依上