

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

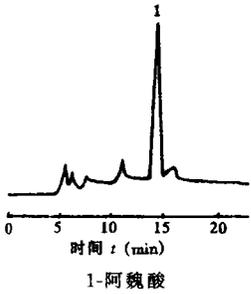


图 1 样品色谱图

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。

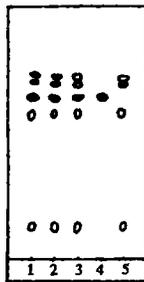
2.2 扫描条件: 单波长反射法锯齿扫描 $\lambda_s = 400$ nm, 狭缝 1.25 \times 1.25 mm, 线性参数 $S_x = 3$ 。

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 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。



1-1 批 2-2 批
3-3 批 4-黄芪
甲苷 5-空白

图 1 薄层图

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

述条件展开,显色,扫描,测定峰面积。结果表明,黄芪甲苷在1~5 μL之间浓度与峰面积呈一条不通过原点的直线。回归方程为: $Y=53\ 705.9X-3\ 740.9$, $r=0.9994$ 。

4 稳定性

取对照品溶液点于薄层板上展开,显色,每隔一段时间扫描一次,取3.5 h内测定结果。峰面积值基本不变, $RSD=1.54\%$ ($n=11$),显色后3.5 h内稳定。

5 回收率测定

精密取已知含量的补中益气冲剂溶液2.5 mL,准确加入一定量的黄芪甲苷,依法测定,结果平均回收率为99.66%, $RSD=1.49\%$ ($n=3$)

6 补中益气冲剂中黄芪甲苷含量测定

按上述供试品的测试方法对样品进行测定,结

果见表1。

表1 样品测定结果

项目	97051001	97051801	97051802	97051803
含量(mg/g)	0.0830	0.0987	0.107	0.113
RSD (%)	3.07	3.7	3.7	3.3

7 讨论

补中益气冲剂成分较多,用5%碳酸氢钠溶液提取除去酸性成分,并以正丁醇萃取,背景干扰明显减少,但在黄芪甲苷斑点覆盖有一个较大的黄色斑点,在层析缸内放一小杯氨水,在碱性环境下展开,黄色斑点Rf值下降,与黄芪甲苷斑点明显分开。采用大孔吸附树脂分离皂苷去掉糖类水溶性杂质,效果较好。

(1999-02-05 收稿)

野菊不同部位的总黄酮含量测定

江苏省中医药研究所(南京 210028) 任爱农 鞠建明

野菊花是菊科植物野菊 *Chrysanthemum indicum* L. 的干燥头状花序,功效清热解毒,主要有效成分为总黄酮。但花占整个植物的比例很小,为扩大药用资源,搞清有效成分的分布情况,我们对植物的各个不同部位的总黄酮进行了含量测定。

1 样品

秋季采自南京老山,将新鲜同株植物的花、嫩茎(花以下20 cm内),老茎(根以上20 cm内)、叶、根分别剪下,自然风干,80℃干燥,粉碎待用。芦丁对照品购自中国药品生物制品检定所,试剂均为分析纯,仪器,美国贝克曼DU640可见紫外光光度计。

2 总黄酮成分提取

精密称取不同部位粉末各3份,每份0.5 g,置50 mL三角烧瓶中,加20 mL乙醇,精密称重,浸泡12 h,超声提取1 h,稍冷后,再精密称重,用乙醇补足重量,作为供试品溶液。

3 标准曲线的制定(1995版药典,第311页)

精密称取芦丁对照品10 mg,置25 mL容量瓶中,加50%乙醇溶解,定容,分别取0.1,0.5,1.0,2.0,3.0,4.0 mL,于10 mL容量瓶中,加5%亚硝酸

钠0.3 mL,放置6 min,再加10%硝酸铝0.3 mL,放置6 min,加4 mL的1 mol/L NaOH,加水至刻度,摇匀。进行全波长扫描,在510 nm处均有最大吸收。以测定结果计算得直线方程: $Y=0.1256+6.129X$, $r=0.9955$,在0.0175~0.14 mg/mL的范围内,浓度与吸收度有良好的线性关系。

4 总黄酮含量测定

分别精密吸取供试品溶液0.5~1 mL,按标准曲线的制定项下,自加5%亚硝酸0.3 mL起,……至进行全波长扫描进行操作,各部位样品在510 nm处显示最大吸收,根据测得的吸收度,代入方程,计算即得,结果见表1。

表1 野菊不同部位的总黄酮含量(%)

部位	花	嫩茎	老茎	叶	根
含量	7.36	1.36	0.5	10.2	3.9

4 讨论

分析结果显示,野菊各部位均含黄酮类成分,叶>花>根>嫩茎>老茎,可见,叶是开发野菊花药用最好的资源。

(1999-01-22 收稿)