

含量,结果见表1。

表1 样品测定结果

批号	补骨脂素含量(mg/g)		平均值
961216	1.4150	1.4364	1.4257
970402	1.5953	1.6706	1.6330
970409	0.9243	1.0147	0.9695

3 讨论

本制剂为中药复方制剂,药味多,成分复杂,在展开剂的选择上,经过多次反复试验,经两次展开,可使补骨脂素能很好地分离,达到薄层扫描的要求。

在样品的前处理中,醋酸乙酯提取液经

0.1%氢氧化钠溶液洗涤后,展开后薄层板背景很干净。

致谢:本制剂所用补骨脂药材为豆科植物补骨脂 *Psoralea corylifolia* L. 的果实,由北京市药品检验所中药室主任周富荣老师鉴定。

参考文献

1 中华人民共和国药典中药薄层谱彩色图集.广州:广东科技出版社,1993:52
2 宋金春,等.中国医院药学杂志,1995,15(2):63
3 甄汉深,等.中药材,1996,19(7):359
(1998-12-03 收稿)

健身悦颜丹质量标准研究

河南竹林众生制药股份有限公司(郑州 450001) 李鸿雁* 张立壮 陈进 梁生旺**

摘要 用薄层层析对健身悦颜丹中女贞子、白芍进行定性鉴别,用薄层扫描法测定大黄素含量。并用正交设计实验对定量条件进行了优选,回收率 97.36%,精密度好($RSD=2.28\%$),可起到控制本品质量之目的。

关键词 薄层层析 薄层扫描法 何首乌 白芍 女贞子 大黄素

健身悦颜丹由制何首乌、女贞子、当归、白芍等组成。具有滋补精血、养肝和肝、行气化瘀之功,适用于面部黄褐斑、妇女乳房肿块、子宫肌瘤等症。

本品中制何首乌为君药,含蒽醌类成分,主要为大黄素、大黄酚和大黄酸等,故拟测定大黄素的含量来控制其内在质量。并用正交设计试验对提取条件进行优选,并获得满意结果。又对女贞子、白芍进行了定性鉴别。

1 仪器与试药

岛津 CS-930 型薄层扫描仪(日本);定量毛细管(美国);PBQ-I 型薄层铺板器(重庆);薄层层析用硅胶 G(青岛海洋化工厂);大黄素、齐墩果酸、芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所);其它试剂均为分析纯。

2 定性鉴别

2.1 女贞子的鉴别

2.1.1 供试品溶液:取本品粉末 1 g,加乙醚 20 mL 加热回流 2 h,滤过,滤液蒸发至干,残渣加无水乙醇 2 mL 溶解。

2.1.2 阴性对照溶液:取阴性对照粉末(缺女贞子)1 g,按供试品溶液方法制备。

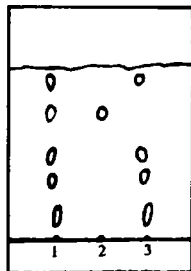
2.1.3 对照品溶液:取齐墩果酸对照品,加无水乙醇制成 1 mg/mL 的溶液。

2.1.4 薄层层析:取供试品溶液、阴性对照溶液、对照品溶液各 4 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-甲酸(40:1:0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以磷钼酸试液在 105℃烘约 5 min。见图 1。

2.2 白芍的鉴别

* Address: Li Hongyan, Zhulinzhongsheng Pharmaceutical Co. Ltd., Zhengzhou
** 河南中医学院中药系
• 830 •

2.2.1 供试品溶液:取本品粉末 10 g,加乙醇 40 mL,温浸 2 h,滤过,滤液蒸发至干。残渣加水 30 mL 使溶解,转入分液漏斗,用正丁醇提取 4 次(20, 20, 15, 15 mL),合并正丁醇液,置水浴上蒸干,残渣用乙醇定容至 1 mL。



1-供试品溶液 2-齐墩果酸对照品 3-阴性对照溶液
图 1 女贞子 TLC 图谱

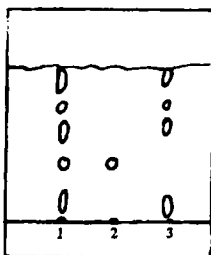
2.2.2 阴性对照溶液:取阴性对照样品(缺白芍)10 g,按供试品溶液方法制备。

2.2.3 对照品溶液:取芍药苷对照品,加乙醇制成 2 mg/mL 的溶液。

2.2.4 薄层层析:取供试品溶液、阴性对照溶液、芍药苷对照品溶液各 4 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸溶液热风吹至显色清晰。见图 2。

3 定量测定

3.1 测定条件的确定:将大黄素对照品 2 μ L(0.530 mg/mL)、供试品溶液 4 μ L、阴性对照溶液(缺何首乌)4 μ L,分别点于同一含羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 H 薄层板上,以石油醚(30℃~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,结果见图 3。



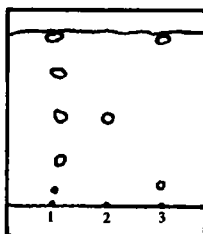
1-供试品溶液 2-芍药苷对照品 3-阴性对照溶液
图 2 白芍 TLC 图谱

放入薄层扫描仪内扫描 $\lambda_s = 430 \text{ nm}$, $\lambda_R = 600 \text{ nm}$ 。

3.2 提取条件的选择:用 $L_8(2^7)$ 正交设计表安排试验,对提取方法、水解条件、水解时间及提取溶剂等进行了优选,选出了最佳条件。

因素水平的建立:据大黄素及其苷都溶于甲醇、乙醇的性质^[1],提取方法选取热乙醇提取和甲醇冷浸(有报道甲醇冷浸可提取完

全^[2])两个水平。水解条件:选取 5 mol/L 硫酸及混合酸两个水平^[3~5]。水解时间选 1、2 h 两个水平,提取溶剂选取乙醚、氯仿两个水平(因为游离的大黄素易溶于乙醚及氯



1-供试品溶液 2-大黄素对照品 3-阴性对照溶液
图 3 何首乌 TLC 图谱

仿),提取 6 次(20, 20, 15, 15, 10, 10 mL 第七次检出无大黄素)。合并乙醚或氯仿,蒸干,用氯仿定容至 5 mL,按 3.1 项下条件进行

测定。实验结果确定最佳条件为:取样 5 g,用乙醇在索氏提取器内提取至无色,回收乙醇至干,加混合酸 20 mL,水解 45 min,再用氯仿提取 6 次。

3.3 线性范围试验:取大黄素对照品溶液(0.217 mg/mL)1, 2, 3, 4, 5, 6 μ L 分别点于同一块硅胶 H 板上,按 3.1 项下条件进行测定,以浓度(C)为横坐标,积分值(A)为纵坐标,做标准曲线,其回归方程为 $A = 224.9 + 24642.4C$, $r = 0.9993$ 。可见大黄素在 0.217~1.302 μ g 之间,浓度(C)与积分值(A)呈一不通过原点的直线,故用外标两点法定量。

3.4 稳定性试验:将大黄素对照品(1.018 mg/mL)1, 2 μ L 点于同一块硅胶 H 薄层板上,按 3.1 项下条件展开,间隔不同时间扫描测定。结果表明:大黄素在 3 h 内稳定。

3.5 精密度试验:对同一供试品溶液,分别点于不同薄层板上,进行测定,结果 $RSD = 2.72\%$ ($n = 5$)。

3.6 重复试验:按 3.1 及 3.2 项下的条件,对一样品进行多次测定(5 块薄层板),结果含量为 0.0129%, $RSD = 2.78\%$ ($n = 5$)。

3.7 加样回收率试验:取本品粉末约 2.5 g,精密称定,分别加入大黄素对照品适量,按上述条件进行测定,结果平均回收率 97.36%, $RSD = 2.74\%$ ($n = 5$)。

3.8 含量测定:取本品粉末约 5 g,精密称定,置索氏提取器中,用乙醇提取至无色。按

3.1 及 3.2 项下进行测定,结果见表 1。

表 1 样品含量测定

批号	总大黄素含量(%)					平均含	
	1	2	3	4	5	量(%)	RSD (%)
920902	0.0104	0.0112	0.0107	0.0108	0.0110	0.0108	2.80
920903	0.0125	0.0121	0.0124	0.0120	0.0126	0.0123	2.10
920906	0.00931	0.00928	0.00906	0.00919	0.00920	0.00928	1.06
920908	0.00892	0.00985	0.00921	0.00918	0.00907	0.00907	1.21
920910	0.0136	0.0131	0.0135	0.0129	0.0133	0.0133	2.16

4 讨论

4.1 据文献^[6]报道,制何首乌中大黄素含量炮制时间越长,降低越多,并对首乌九蒸九晒

炮制方法提出异议。本文用大黄素为定量指标,控制本产品质量是可行的。

4.2 样品经水解后用乙醚提取而易产生乳 化,影响含量,故以氯仿提取为好。

参 考 文 献

1 北京医学院等编. 中草药化学成分. 北京:人民卫生出版社,1980
2 何丽一,等. 药学报,1980,15(9):555
3 Paris, et al. Ann Pharm Franl,1958,16:561
4 王慕邹,等. 药学报,1963,10(12):720
5 丁安伟,等. 中药通报,1988,13(5):293
6 叶定江,等. 中药通报,1986,11(12):727
(1998-12-25 收稿)

HPLC 法测定高三尖杉酯碱含量

西安天诚医药生物工程有限公司(710075) 刘 莹

高三尖杉酯碱是从粗榧科植物华粗榧或其同属植物的叶、枝或果实中提取的生物碱。它是抗恶性肿瘤的原料药物。

目前,我国分析高酯碱的含量是采用中国药典的紫外分光光度法,为非专一性的检测方法,不能观察杂质情况。国内还没有用 HPLC 法测定的报道,我们采用反相 HPLC 法测定高酯碱的含量,为高酯碱的研究提供了一个准确、简便的测定手段,而且适用于出口高脂碱的质量控制。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂:岛津 LC-10A 高效液相色谱仪,紫外检测器,岛津 2101PC 紫外扫描仪。甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。高酯碱对照品:中国药品生物制品检定所。

1.2 色谱条件:色谱柱:YWG-C₁₈H₁₇ 250 mm×4.6 mm(天津化学试剂二厂),流动相:0.0008 mol/L 碳酸铵溶液-甲醇(42:58),用 36%醋酸调 pH 至 7~8,检测波长:290 nm,流速:1.0 mL/min。

1.3 对照品溶液配制:精密称取高酯碱对照品约 10 mg 置 50 mL 容量瓶中,加甲醇适量溶解并稀释至刻度,摇匀。

1.4 样品溶液制备:精密称取样品约 10 mg 置 50

mL 容量瓶中,加甲醇适量溶解并稀释至刻度,摇匀。

2 实验结果

2.1 标准曲线:精密量取对照品溶液 5,10,15,20, 25 μ L,分别注入色谱仪,记录峰面积,经分析,高酯碱在进样量为 0.5~25 μ g 的范围内呈线性关系,回归方程为:Y=36800+658441X,r=0.997。

2.2 回收率:取 5 份样品各 5 mg,置 50 mL 容量瓶中,各精密加入对照品溶液 2 mL,同上述方法处理,测得 5 次平均回收率为 100.56%,RSD 为 2.31%。

2.3 精密度:精密度实验结果 RSD 为 1.12%(n=6)。

2.4 样品分离:准确吸取对照品溶液和样品溶液各 10 μ L,分别注入液相色谱仪,高酯碱出峰时间为 7.70 min,采用外标法计算含量,结果样品 1 为 99.56%,样品 2 为 99.50%,样品 3 为 99.36%,样品 4 为 99.45%。

3 讨论

3.1 最大吸收的选择:以紫外全波长扫描结果高酯碱在 290 nm 处有最大吸收,故选用 290 nm。

3.2 用 HPLC 法测定高酯碱含量,稳定,重现性好,灵敏度高,为出口高酯碱的质量提供了保障。

(1999-03-18 收稿)