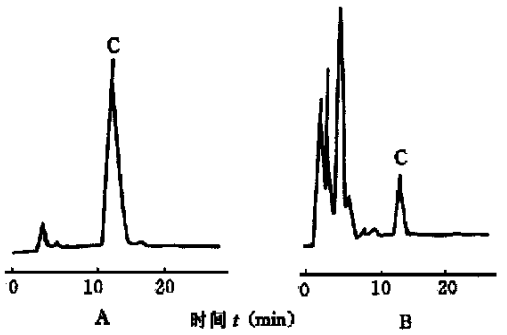
结果见表 1 和图 1。

表 1 10 个两头尖样品产地、采集时间和皂苷 D 的含量

产地	采集时间 (1997 年)	平均含量 (%)	*RSD* (%)
吉林左家	05-11	0.318 4	1.32
吉林靖宇	05-13	0.320 6	2.67
吉林桦甸	05-15	0.324 9	3.97
吉林天岗	05-12	0.328 4	2.73
黑龙江阿城	05-15	0.352 7	3.39
黑龙江一面坡	05-14	0.355 2	4.41
黑龙江亚伯利	05-07	0.357 3	3.89
辽宁凤坡	05-08	0.280 2	4.37
辽宁清原	05-06	0.281 2	2.52
山东昆嵛山	05-04	0.219 6	4.55



A-标准品 B-两头尖样品 C-皂苷 D

图 1 两头尖皂苷 D 和两头尖样品 HPLC 图

2.4 加样回收率试验: 精密称取已知皂苷 D 含量的吉林省桦甸产两头尖样品粉末 1.5 g 3 份, 分别精密加入皂苷 D 对照品 5 mg, 按照样品测定项下方法进行处理, 残渣用甲醇定容于 5 mL 容量瓶中, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤后, 测定, 计算回收率, 结果平均回收率: 100.41%, *RSD*= 0.83%。

2.5 精密度试验: 在上述色谱条件下, 对同一浓度的对照品溶液连续 5 次进样, 得峰面积 *X* 为6 462, *RSD* 为 2.06%。

2.6 重现性试验: 按照样品测定方法, 对桦甸产两头尖样品进行 5 次平行试验, 皂苷 D 的含量 *RSD* 为 1.68%。

2.7 稳定性试验: 在室温条件下, 将样品溶液在 1, 2, 3, 4, 12, 24 h 进样测定, 含量不变, 说明样品溶液在 24 h 内稳定。

3 讨论

3.1 我们曾对两头尖药材进行冷浸、渗漉、加热回流等提取方法的比较试验研究, 结果以索氏提取器加热回流提取测得的两头尖皂苷 D 含量最高。

3.2 中药两头尖产于吉林、黑龙江、辽宁和山东四省, 对我国四省产两头尖中皂苷 D 含量测定的结果表明, 上述四省分布的两头尖有从南向北依次增高的趋势, 这一结果是否与气候、土壤等因素的影响有关, 有待进一步深入研究。

参 考 文 献

1 中华人民共和国药典(一部). 广州: 广东科技出版社, 1995: 143
2 刘大有, 等. 中草药, 1984, 15(4): 34
3 刘大有, 等. 长春中医学院学报, 1987, 2(3): 58
4 Wang Benxiang, *at al.* J Traditional Chinese Medicine, 1985, 5(1): 61

(1999-04-05 收稿)

施康复颗粒剂(Ⅱ)中苦参碱的含量测定

湖南省药品检验所(长沙 410001) 李瑞莲* 苏健俊

摘 要 用薄层扫描法测定施康复颗粒剂(Ⅱ)中苦参碱的含量。用甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(20∶20∶3∶1)为展开剂, 在硅胶 G 薄层板上分离苦参碱, 以改良碘化铋钾为显色剂, 采用双波长反射法锯齿扫描测定其含量, λ_S= 515 nm, λ_R= 650 nm, 结果表明, 苦参碱在 2.328～6.984 μg 范围内呈线性关系, 回归方程为 Y= 2886.06X - 2066.96, r= 0.9980。加样回收率为 97.7%, *RSD*= 2.31%。本法简便、快速。

关键词 施康复颗粒剂(Ⅱ) 苦参碱 含量测定 薄层扫描法

Quantitative Analysis of Matrine in Shikangfu Granules Ⅱ

Hunan Institute for Drug Control (Changsha 410001) Li Ruilian and Su Jianjun

Abstract A TLC method for the quantitation of matrine in Shikangfu granules Ⅱ was described. A mixed solvent of toluene-acetone-ethanol-concentrated ammonia solution (20∶20∶3∶1) was employed as the developer, and dected at 515 nm. Colour developing agent was modified bismuth potassium iodide. Re-

* Address: Li Ruilian, Hunan Institute for Drug Control, Changsha
李瑞莲 1987 年毕业于中国药科大学药学系, 主管药师。主要从事药品检验及中药新药的研究工作。参加中药三类新药研究工作 6 项, 中药四类新药研究工作 10 项, 均主持药学部分的研究开发, 并均获批文投产。起草药典品种 5 项。

sults gave a linear concentration range of 2.328～6.984 μg, regression equation of Y = 2 886.02～2 066.96, correlation coefficient r = 0.998 0 and average recovery and RSD 97.7% and 2.31%. This method is simple, relatively fast and reproducible.

Key words Shikangfu granules Ⅱ matrine quantitative analysis TLCS

施康复颗粒剂由(Ⅰ)与(Ⅱ)组成,(Ⅰ)具活血化瘀之功效,(Ⅱ)具攻毒软坚之功效,两者交替服用。(Ⅱ)由山豆根、重楼等 17 味中药组成。其中山豆根为君药,主含苦参碱、氧化苦参碱及黄酮类成分[1]。苦参碱的含量测定方法有酸碱滴定法、紫外分光光度法、薄层扫描法等[2]。我们采用薄层扫描法测定施康复颗粒(Ⅱ)中苦参碱的含量,结果准确,方法简便,重现性、回收率均理想。

1 仪器药品及条件

1.1 仪器和试药: 岛津 CS-930 薄层扫描仪(日本岛津公司);硅胶 G(青岛海洋化工厂);苦参碱对照品(中国药品生物制品检定所);施康复颗粒剂(Ⅱ)(湖南中医学院制药厂);试剂、试药均为分析纯。

1.2 层析条件和显色剂的选择: 采用硅胶 G 薄层板,用甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(20∶20∶3∶1)为展开剂,以改良碘化铋钾为显色剂。

1.3 扫描条件: 双波长反射法锯齿扫描,λ_S = 515 nm, λ_R = 650 nm,狭缝 4 mm × 1.2 mm,线性参数 Sx = 3,灵敏度中。

2 实验部分

2.1 对照品溶液的制备: 精密称取苦参碱对照品 5.82 mg,置 5 mL 量瓶中,加乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2 供试品溶液的制备: 取本品 3 g,精密称定,加 2% 盐酸溶液 3 mL,加热煮沸 30 min,放冷,置分液漏斗中,加氨试液调节至 pH 10,加氯仿振摇提取 4 次(40, 30, 20, 20 mL),分取氯仿液,置蒸发皿中,蒸干,残渣加乙醇溶解并定量转移至 2 mL 量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,即得。

2.3 线性关系的考察: 精密吸取苦参碱对照品溶液 2, 3, 4, 5, 6 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,依法展开,扫描测定,以点样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐标,得苦参碱在此条件下的标准曲线,本品在 2.328～6.984 μg 范围内呈线性关系,回归方程 Y = 2 886.06X − 2 066.96, r = 0.998 0。

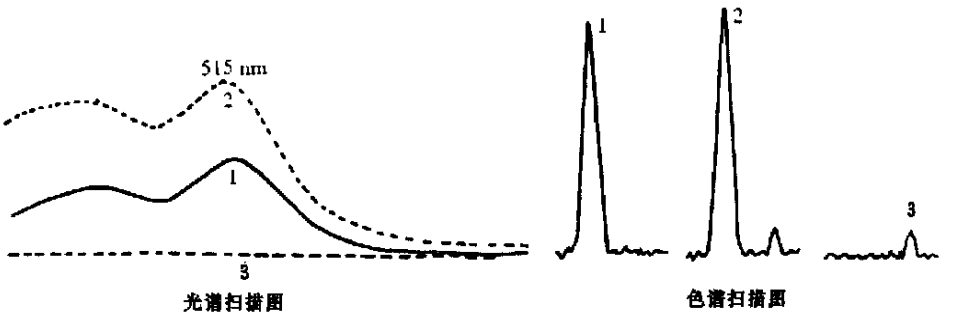
2.4 同板及异板精密度试验: 精密吸取同一浓度的供试品溶液 4 μL,分别在同一薄层板与两块薄层板上点样各 5 次,依法展开,显色,测定斑点的峰面积,计算出供试品的含量,同板的 RSD = 2.0%(n = 5),异板的 RSD = 2.4% (n = 10)。

2.5 稳定性试验: 精密量取供试品溶液 4 μL,点于薄层板上,展开,显色,每隔 30 min 扫描 1 次,共扫描 5 次,峰面积积分值的 RSD = 1.5%,即显色后 2.5 h 内稳定。

2.6 干扰成分的考察: 缺山豆根的阴性样品、对照品和供试品的光谱扫描图及色谱扫描图进行比较,结果阴性样品在苦参碱对照品相应的色谱位置无吸收,表明其它成分对苦参碱的测定无干扰,见图 1。

2.7 回收率实验: 取已知含量的样品,准确加入苦参碱对照品一定量,按本文方法提取,测定,计算回收率在 95.2% ～ 100.2% 之间,平均回收率为 97.7%(n = 5), RSD = 2.31%。

2.8 样品测定: 精密吸取供试品溶液 4 μL,对照品溶液 2 μL 与 4 μL,分别点于同一薄层板上,用外标二点法测定供试品溶液中苦参碱的含量,结果见表 1。



1-苦参碱对照品 2-供试品 3-阴性对照

图 **1** 光谱及色谱扫描图

表 1 样品中苦参碱的含量测定结果(n= 2)

批号	950305	950311	950324	950404	950406
含量(mg/g)	1.7	1.6	1.8	1.5	1.6

3 讨论

采用薄层扫描法测定本品中苦参碱的含量,操作简单,分离效果满意,稳定性和重现性较好,为质量控制提供了较好的方法。

展开剂中含有浓氨试液,对显色的稳定性有较大的影响,因此,薄层板经展开后,须将氨挥尽。

经实验表明,改良碘化铋钾显色稳定性比稀碘化铋钾好。改良碘化铋钾显色后,需经约 10 min 方可晾干,故测定应在显色 10 min 后进行。

参 考 文 献

1 江苏新医学院. 中药大辞典. 上册. 上海: 上海科学技术出版社, 1986: 182

2 玉宝琴主编. 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: 440

(1999-06-10 收稿)

RP-HPLC 法测定三通风湿康胶囊中天麻素的含量

深圳市人民医院(518020) 原文鹏*

中国药品生物制品检定所 马双成

摘 要 利用 RP-HPLC 法,采用外标法测定了三通风湿康胶囊中天麻素的含量。对三通风湿康胶囊中天麻素的提取方法、测定条件进行了选择,实验结果显示用甲醇超声处理,过中性氧化铝柱方法提取较好。该方法的加样回收率为 99.29%, *RSD* 为 0.33%。

关键词 三通风湿康胶囊 天麻素 RP-HPLC 法 含量测定

Determination of Gastrodin in Santong Fengshikang Capsule by RP-HPLC

Shenzhen People's Hospital (Shenzhen 518020) Yuan Wenpeng

National Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products Ma Shuangcheng

Abstract Contents of gastrodin in Santong Fengshikang Capsule was determined by RP-HPLC with the use of external standard. Conditions for the extraction and determination of Gastrodin from Santong Fengshikang Capsule were optimized. Results showed that the samples should be extracted with methanol under ultrasonic wave, then passed through Al_2O_3 column. The average recovery of this method was 99.29 % and *RSD* 0.33 %.

Key words Santong Fengshikang Capsule gastrodin RP-HPLC determination

三通风湿康胶囊主要由天麻、灵芝、桑椹等组成,具有清热祛湿之功,用于风湿性关节炎。关于天麻中天麻素含量测定方法报道较多,主要有分光光度法[1]、薄层扫描法[2]及 HPLC 法[3,4]等。1995 年版中华人民共和国药典一部天麻项下也有 HPLC 法测定天麻素含量的规定,但经研究均不适用本品。我们经过研究建立了 RP-HPLC 法测定三通风湿康胶中天麻素的含量,分离效果好、简单快速、准确,为控制三通风湿康胶囊内在质量提供了实验数据。

1 仪器与药品

1.1 SP8800 高效液相色谱仪(美国), SP200 紫外检测器, SP4400 数据处理机, 10 μL 定量进样管, Inertsil ODS-C_{18}柱(4.6 mm×250 mm)。

1.2 药品: 对照品天麻素由中国药品生物制品检定所提供; 样品: 三通风湿康胶囊由北京东方百信生物技术有限公司提供。

流动相用乙腈为色谱纯,提取、溶解用甲醇为分析纯; 流动相用水为去离子水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 流动相: 乙腈-水-磷酸(3∶97∶0.2), 柱温: 40 ℃, 流速: 1 mL/min, 测定波长: 221 nm。

* Address: Yuan Wenpeng, Shenzhen People's Hospital, Shenzhen

原文鹏 男, 1989 年毕业于北京中医药大学中药学院, 获医学学士学位。主管药师, 现在深圳市人民医院药学部工作。主要研究方向为中药、民族药的鉴定、整理, 新制剂、新剂型开发及质量控制, 医院药房管理等。