

双黄生血冲剂中补骨脂素的含量测定

南京军区南京总医院 (210002) 宋炳生* 李汉保 施惠熏

摘要 采用薄层紫外分光法测定了双黄生血冲剂中补骨脂素的含量,测得每袋冲剂含补骨脂素在 509~533 μ g 之间,加样回收率为 96.39%,为该制剂的质量控制提供了依据。

关键词 双黄生血冲剂 补骨脂素 薄层紫外分光法 含量测定

双黄生血冲剂是黄芪、黄精、鸡血藤、补骨脂、山萸肉等十多味中药组成的纯中药制剂。临床用于治疗 and 预防化疗、放疗引起的毒副作用,有较好的疗效。补骨脂具有补肾助阳作用,是本方的主要药物之一。为控制质量,我们采用薄层分光法对其中的主要有效成分补骨脂素进行了含量测定,取得了比较满意的结果。

1 仪器与试药

754紫外分光光度计、3650 nm紫外灯;硅胶 G (层析用,青岛海洋化工厂),甲醇、苯、乙酸乙酯等均为分析纯。双黄生血冲剂 (本院中药制剂室);补骨脂素 (中国药品生物制品检定所)。

2 方法与结果

2.1 试液的制备

2.1.1 对照液的制备:精密称取 60 $^{\circ}$ C减压干燥至恒重的补骨脂素对照品 3.0 mg,用甲醇溶解转至 10 mL量瓶中定容,浓度为 0.3 mg/mL。

2.1.2 供试液的制备:取本品研碎,精密称取 20 g,用苯加热回流提取 4次,每次 1 h,滤过,合并苯液,回收至干,残渣用甲醇溶解并定容于 2 mL量瓶中即得。

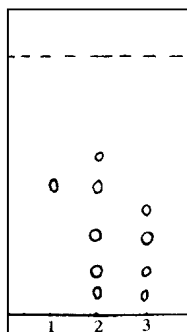
2.1.3 空白液的制备:按处方计算称取相当供试液量的除补骨脂外的其余中药,合并,水煎 2次,每次 1 h,合并浓缩至约 300 mL,用苯萃取 3次,合并苯液,回收苯至干,残渣用甲醇溶解并定容于 2 mL量瓶中即得。

2.1.4 试剂:除有标明者外余均按中华人民共和国药典附录有关配制方法配制。

2.2 测定方法

2.2.1 薄层层析试验:取供试液、对照液、空白液各 10 μ L 点于硅胶 G薄层板上,以苯-乙酸乙酯 (9:1) 为展开剂,展开后取出晾干,于紫外灯下观察,供试液色谱中有与对照品完全一致的荧光斑点,而空白

液中无此荧光斑点,见图 1。



1补骨脂素

2冲剂 3空白

图 1 补骨脂素
层析图

2.2.2 最大吸收波长的选择:量取供试液与对照液各 40 μ L,分别点于硅胶 G薄层板上,使成条状,以苯-乙酸乙酯 (9:1),为展开剂,在紫外灯下标出荧光色带,刮入试管中,用 5 mL甲醇溶解,离心沉淀后,取上清液,以甲醇作空白,在波长 200~400 nm间扫描,最大吸收波长为 246 nm。

2.2.3 标准曲线的制备:精密量取补骨脂素对照液适量,以甲醇稀释,使成浓度分别为 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 μ g/mL 的溶液,以甲醇作空白,在波长 246 nm 处测定吸收

度,绘制标准曲线,在 1.0~5.0 μ g/mL 浓度范围内符合朗伯-比尔定律,回归方程为 $y = 0.0023 + 0.1423x$, $r = 0.9992$ 。

2.2.4 稳定性试验:上项对照液,以每分钟测定一次,共计 30次, RSD 不超过 2.0%,证明在 30 min 内测定是稳定的。

2.2.5 加样回收试验:取样品研碎,称取 20.0, 10.0, 10.0, 10.0 g 共 4份,后 3份分别加入不同量的补骨脂素,按供试液制备方法项下提取,定量制成测定液,点该液 40 μ L 于硅胶 G薄层板上,以苯-乙酸乙酯 (9:1) 为展开剂,展开后,紫外灯下标出荧光色带,刮入试管中,用 5 mL甲醇溶解,离心沉淀,取上清液在波长 246 nm 处测定吸光度,平均回收率为 96.39%, $RSD = 0.99\%$ ($n = 4$)。

2.2.6 含量测定法:点供试液、对照液各 40 μ L 于硅胶 G薄层板上,按上述方法展开,刮下、溶解、离心,分取上清液于波长 246 nm 测定吸光度,计算含量,见表 1。

* Address: Song Bingsheng, Nanjing General Hospital of Nanjing Army, Nanjing

表 1 含量测定结果

编号	样品 (g)	吸光度	补骨脂素含量			RSD(%)
			$\bar{X}(\mu\text{g/g})$	$\bar{X}(\mu\text{g/g})$	(微克/袋)	
1	20.05	0.14	33.86	33.96	509.4	0.93
		0.446	33.7			
		0.454	34.31			
2	19.95	0.403	33.21	34.05	510.8	2.41
		0.407	34.10			
		0.416	34.85			
3	20.10	0.426	35.52	34.98	524.7	1.41
		0.477	34.54			
		0.481	34.85			
4	20.00	0.427	35.78	35.58	533.7	1.77
		0.401	34.87			
		0.451	36.08			

平均含量 $\bar{X}$ = 34.64 $\mu\text{g/g}$, 每袋 519.6 μg , RSD = 2.24%。

黄芩苷提取工艺研究

四川省中药研究所(成都 610041) 黎万寿* 陈 幸

黄芩是常用中药^[1],在生产中,黄芩苷的提取多采用水提酸沉法^[2]或碱提酸沉法^[3,4],但转移率低。为此我们进行了提取工艺研究,探索出了有效的醇提酸沉法,提高了黄芩苷的转移率,适用于大批量生产。

1 实验材料与仪器

1.1 仪器与药品:高效液相色谱仪 Waters 510泵,岛津 Catalog 7125型进样器,SPD-6AV 紫外检测仪,CR-6A 数据处理机;对照品:黄芩苷(含量测定用,中国药品生物制品检定所);除药用乙醇外,所用化学试剂均为分析纯。

1.2 实验材料:黄芩饮片购自成都中药材站,经鉴定为正品黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱 YWG 10 μm C₁₈ 4.6 mm $\times$ 250 mm(大连依利特科学仪器有限公司);流动相:甲醇-水-磷酸(45:55:0.0125);检测波长:280 nm^[1];流速 1.0 mL/min;柱温 30 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.2 黄芩苷标准曲线:精密称取在 60 $^{\circ}\text{C}$ 真空干燥 4 h 的黄芩苷对照品 2.79 mg,定容 100 mL,作为对照品溶液。按色谱条件,分别选择 1, 2, 4, 8, 16 μL ,测得峰面积,线性回归方程为: $y = 3.098769x - 5.621$, $r = 0.9999$,结果表明:在 0.0279~0.464 μg 范

3 讨论

3.1 薄层层析可以证明供试品中含有补骨脂素^[1],若处方中除去补骨脂,则空白液中无此荧光斑点。

3.2 采用薄层紫外分光法测定冲剂中补骨脂素的含量^[2],结果稳定可靠,又不需要昂贵的仪器,便于基层单位推广使用。

参考文献

- 1 吴 焕. 中草药通讯, 1978, (10): 32
- 2 黄新生. 基层中药杂志, 1989, 3(1): 20

(1999-07-20收稿)

围内呈良好线性关系。

2.3 提取方法的比较:黄芩饮片 60 $^{\circ}\text{C}$ 烘干,粉碎过 10 目筛。称取 100 g,用表 1 中不同溶剂以 10 倍、8 倍量分两次提取,每次 1 h,滤过。合并滤液,浓缩至干,称重。水煮醇沉法例外,先将提取液浓缩至药材 6 倍量,加入等量 95% 乙醇,搅匀,放置一昼夜,滤过,合并上清液及沉淀洗涤液,浓缩至干,称重。

精密称取相当于生药 20 mg 的上述浸膏,用 80% 甲醇适量超声溶解 30 min,定容至 10 mL,进样 3~7 μL ,测定结果见表 1。

2.4 黄芩苷的纯化:取前述 60% 乙醇提取滤液,减压回收尽乙醇后,补足蒸馏水至药材的 15 倍量^[2],作为待纯化样品溶液。

表 1 不同方法提取黄芩苷收得率比较

提取方法	水煎煮	水煮醇沉	60%乙醇	80%乙醇	药用乙醇
浸膏得量(g/100g生药)	25.34	18.88	39.39	37.47	26.41
黄芩苷得量(g/100g生药)	1.44	1.18	4.49	4.43	1.72

测定结果以 60% 乙醇作溶剂,黄芩苷提取率高。

纯化方法 1 酸沉法^[2]:取上述待纯化样品溶液,加浓盐酸调 pH3~4,静置 1 h 后滤去杂质,滤液再于 40 $^{\circ}\text{C}$ 调 pH1.5~2,保温 30 min,静置,抽滤,沉淀用水洗至 pH6.5~7.0,干燥即得黄芩苷粗品。

纯化方法 2 碱酸法^[4]:取上述待纯化样品溶

* 黎万寿 男, 27岁, 研究实习员。1996年毕业于成都中医药大学中药专业, 获学士学位。现在四川省中药研究所药化室工作。主要从事新药质量标准、制备工艺研究等。参加了两项“九·五”攻关课题即“川牛膝质量标准规范化研究”和“风湿平胶囊的研究”, 曾参与了四川省中医局课题“丹参的系统研究”等多种新药的研制工作, 其中“川产道地药材-川丹参的系统研究”科研成果获重庆市中医管理局科技成果二等奖。已发表论文 3篇。