

表 1 含量测定结果

| 编号 | 样品<br>(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 $\mu\text{g}$ , 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<sup>[1]</sup>,在生产中,黄芩苷的提取多采用水提酸沉法<sup>[2]</sup>或碱提酸沉法<sup>[3,4]</sup>,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 $\mu\text{m}$  C<sub>18</sub> 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<sup>[1]</sup>;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 $\mu\text{L}$ ,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 $\mu\text{g}$  范

### 3 讨论

3.1 薄层层析可以证明供试品中含有补骨脂素<sup>[1]</sup>,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<sup>[2]</sup>,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 $\mu\text{L}$ ,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<sup>[2]</sup>,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<sup>[2]</sup>: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<sup>[4]</sup>: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。

液,加浓盐酸调 pH 1.0,放置 15 h 1 500 r/min离心 1 h,取沉淀物进行干燥,称重。加 6倍量水,70℃水浴加热,10% NaOH溶液调 pH6.0,搅拌,使全溶。加入等量 45%乙醇,放置 1 h,抽滤,沉淀用 45%乙醇洗涤,所得滤液加浓盐酸调 pH1.0,70℃下保温 1 h,放置 10 h,抽滤,所得沉淀干燥即得黄芩苷粗品。

取酸沉法或碱酸法所得的黄芩苷粗品,用 60%乙醇溶解,定容至 5 mg(生药)/mL,进样 2~ 3μ L,测定结果见表 2。

根据以上结果,我们得到一种新的黄芩苷提取分离方法,即醇提酸沉法。该方法与传统的水提酸沉法和水提碱酸纯化法比较,黄芩苷的转移率有极大提高。该方法的具体操作应为:黄芩粗粉以 60%乙醇 10倍、8倍量回流提取 2次,每次 1 h,滤过,滤液减压回收尽乙醇,补足蒸馏水至药材的 15倍量,加浓盐酸调 pH3~ 4,静置 1 h后滤去杂质,滤液再于 40℃调 pH1.5~ 2,保温 30 min,静置,抽滤,沉淀用水洗至 pH6.5~ 7.0,干燥即得黄芩粗品。

表 2 不同纯化方法黄芩苷转移情况比较

| 项 目              | 酸沉法   | 碱酸法   |
|------------------|-------|-------|
| 粗品得率(g/100g生药)   | 11.52 | 10.89 |
| 含量(g/100g粗品)     | 33.37 | 21.18 |
| 转 移 率(g/100g黄芩苷) | 88.73 | 62.02 |

3 讨论

3.1 黄芩苷为一连有葡萄糖醛酸结构的黄酮衍生物,具有一定的脂溶性,因此在提取时采用 60%乙醇作溶剂,与水作溶剂比较大大增加了黄芩苷的溶出率。

3.2 目前,黄芩苷的含量测定多采用紫外分光光度法<sup>[2~4]</sup>,本实验采用 HPLC测定法,大大提高了准确度。

参 考 文 献

1 中华人民共和国药典,1995版一部.广州:广东科技出版社,1995:271  
2 韩会玲,等.陕西中医学院学报,1997,20(4):35  
3 北京医学院,等.中草药成分化学.北京:人民卫生出版社,1980:293  
4 王乃利,等.沈阳药学院学报,1993,10(2):85

(1999-03-05收稿)

HPLC法测定复方丹参片中丹参酮II<sub>A</sub>的含量

深圳市中药总厂 (518029)

黄 逸\* 张春丽\*

深圳市医药生产供应总公司

张 幼成 李广川

复方丹参片由丹参、三七、冰片等中药组成,为治疗冠心病、心绞痛的常用中成药。一九九五年版《中华人民共和国药典》内仅对丹参、三七、冰片作薄层定性鉴别,没有定量控制指标。丹参酮II<sub>A</sub>是复方丹参片的有效成分之一,控制丹参酮II<sub>A</sub>的含量对确保该制剂疗效有重要意义。笔者对不同产品进行测试,丹参酮II<sub>A</sub>的含量相差悬殊,认为应对丹参片产品中丹参酮II<sub>A</sub>进行限量规定。

1 仪器、试剂与样品

LC-10A高效液相色谱仪(日本岛津)。  
丹参酮II<sub>A</sub>对照品(中国药品生物制品检定所),试剂为分析纯、色谱纯。复方丹参片 13批(市售)。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的配制:取复方丹参片 20片,小心

剥去糖衣层,精密称定,研碎,精密称取约 1 g粉末,置磨口锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,密塞,称定重量,超声处理 20 min,放冷,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,弃去初滤液,收集续滤液作为供试品溶液。

2.2 色谱条件:色谱柱:CLC-ODS,15 cm× 6.0 mm(日本岛津);流动相:甲醇-水(4:1);检测波长:270 nm;流速:1.2 mL/min;进样量:20μ L;柱温:室温。在此条件下,丹参酮II<sub>A</sub>的保留时间为 18.5 min,分离情况良好。

2.3 标准曲线制备:精密称取丹参酮II<sub>A</sub>对照品 10 mg,加适量甲醇溶解,定容至 50 mL,摇匀,分别精密量取对照品溶液 0.25,0.5,1,2,3 mL于 10 mL量瓶中,甲醇定容至刻度。分别精密吸取 20μ L进样,得回归方程为:  $C=1.1339 \times 10^{-8} A+4.1625 \times$

\* 黄 逸,张春丽,本科,学士,助理工程师,主要从事中药材及中成药制剂的成分分析工作。参与研制开发的“冠心丹参胶囊”于 1999年被评为“国家级新药”,1998年荣获广东省科技进步三等奖,1999年荣获广东省医药科技进步二等奖。