

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^[2~ 4],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_A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_A是复方丹参片的有效成分之一,控制丹参酮II_A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_A的含量相差悬殊,认为应对丹参片产品中丹参酮II_A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_A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_A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_A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。

10^{-5} , $r=0.9999$, 在 $5\sim 60\mu\text{g/mL}$ 范围内, 呈良好的线性关系。

2.4 精密度考察: 取供试品溶液, 每隔一段时间进样, 结果 $RSD=0.45\%$, 6 h 内稳定。

2.5 回收率试验: 精密称取复方丹参片细粉, 精密加入已知浓度的对照品溶液适量, 同供试品溶液制备法操作, 测定回收率, 结果 99.66% , $RSD=0.54\%$ ($n=4$)。

2.6 样品测定: 取复方丹参片 13 批样品, 依法测定, 结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果

厂家	批号	丹参酮II _A 含量 (毫克/片, $n=4$)	$RSD(\%)$
A	980405	0.2957	0.52
A	980507	0.2718	0.69
A	980605	0.3163	0.52
A	981102	0.3119	0.29
A	981205	0.2896	0.53
B	990302	0.1240	0.35
C	981201	0.0802	0.77
D	980420	0.0555	0.89
E	990101	0.1770	0.47
E	990203	0.6879	0.15
E	990303	0.3691	0.33
E	990306	0.2890	0.63
F	990125-03	0.1112	0.52

(1999-04-20 收稿)

(上接第 93 页)

破壁率在 99.9% 以上。

2.2 灵芝孢子中油酸的分离及鉴定: 破壁孢子的醇提物经多次柱层析得到的油状物 (I) 经多次在不同展开剂中 TLC 展层分析, 显示出一个斑点, 但经过 GC-MS 分析显示出两个峰 (峰 I-1 和峰 I-2), 峰 I-1 的质谱图中显示的离子碎片峰有 41, 55, 69, 83, 111, 139, 151 等, 经比较与油酸的质谱图基本一致; 进一步的气相色谱分析表明, 峰 I-1 的保留时间与标样油酸相同, 由此断定峰 I-1 为油酸峰; 同样方法得知, 峰 I-2 为软脂酸的洗脱峰。

2.3 加强对灵芝孢子化学成分的分析有助于对孢子药用价值的阐释: 由于灵芝孢子的外部是两层坚韧的外壁, 一般的物理、化学方法又很难将其打破, 这在一定程度上限制了对其化学组成、生物活性成分的认识。虽然迄今从灵芝孢子中分离出多种成分^[6-8], 但本文对灵芝孢子中油酸的分离及鉴定尚属首次。以前的研究均以未破壁灵芝孢子为原料, 而且我们从未破壁灵芝孢子中也未分离到油酸, 因此

推测可能与所用的原料有关。我们以前的工作也表明了孢子的破壁有助于其化学成分的提取与生物活性的增加^[5,7]。最近, 对灵芝孢子收集以及破壁方法的研究越来越受到重视^[9,10], 相信一定会极大促进灵芝孢子药用价值的研究和作用。

致谢: 河南师范大学杨新芳老师在电镜观察方面、北京理工大学程福永博士和史雪岩博士在色谱分析方面所给予的大力协助。

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, 1997: 1180
- 2 王芷元, 等. 中医杂志, 1983, 24(6): 52
- 3 北京友谊医院神经内科. 新医学副刊, 1978, 4(2): 97
- 4 富慧谔, 等. 中医杂志, 1981, 22(6): 22
- 5 Yang X L, *et al.* J Beijing Institute of Technology, 1997, 6(4): 336
- 6 Min B S, *et al.* Chem Pharm Bull, 1998, 46(10): 1607
- 7 杨新林, 等. 中草药, 1997, 28(12): 721
- 8 赵东旭, 等. 中草药, 1999, 30(4): 305
- 9 徐建兰, 等. 首届海内外世纪中医药学术发展研讨会交流论文. 南京, 1996: 1
- 10 蒋家心, 等. 食品科学, 1996, 17(4): 19

(1999-03-26 收稿)

我刊关于“论文摘要”的编写要求

根据国家标准“文摘编写规则”(GB6447-86)的要求, 我刊 2000 年对文摘的编写作如下规定。

摘要有 2 种基本写法: 1) 报道性摘要一般用于实验性科技论文; 2) 指示性摘要多用于综述性、资料性或评论性文章。

报道性摘要必须包括目的、方法、结果、结论四个要素 (来稿要分项写清楚), 重点在后三项内容, 宜写得详细, 字数在 400 字之内。指示性摘要则突出第一项, 后三项可简写, 一般 200 字左右。

编写摘要请注意以下几点: 1) 要着重反映新内容和作者特别强调的观点; 2) 要排除在本学科领域已成常识的内容, 不要简单地重复题名中已有的信息; 3) 要用第三人称的写法, 不必使用“本文”、“作者”等作为主语, 应采用“对……进行了研究”等记述方法; 4) 结构严谨, 表达简明, 一般不分段落。缩略语、代号等除了相邻专业的读者也能清楚理解的以外, 在首次出现处必须加以说明。

另外, 英文摘要中所有作者都需要提供英文单位名称。

《中草药》杂志编辑部