

算。通过对“大承气汤”颗粒 3 批样品测定结果表明蒽醌类成分含量基本稳定,可以作为其质控手段。

4.4 本方中厚朴所含厚朴酚及和厚朴酚为挥发性成分,在制剂生产过程中容易损失,通过改变制剂工艺,现可保留厚朴酚及和厚朴酚,说明现工艺比较完善。

参 考 文 献

- 1 宗玉英,等.药学报,1995,30(8):594
- 2 中华人民共和国药典.一部.1995 16,218
- 3 朱晓薇,等.中草药,1996,27(5):279
- 4 富戈,等.北京医科大学学报,30(6增):18

(1999-11-10收稿)

薄层扫描法测定穿心莲中穿心莲内酯 脱水穿心莲内酯的含量

广州市药品检验所(510160) 顾利红* 朱品业

摘 要 采用薄层扫描法测定了 15 批穿心莲商品药材中穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的含量,并进行了比较。结果脱水穿心莲内酯高于穿心莲内酯的占 26.7%,穿心莲内酯高于脱水穿心莲内酯的占 53.3%,两者含量差异在±10%以内的占 20.0%。

关键词 穿心莲 穿心莲内酯 脱水穿心莲内酯

Determination of Andrographolide and 14-Deoxy-11, 12-Didehydroandrographolide in Common Andrographis (*Andrographis paniculata*) by TLCS

Guangzhou Institute for Drug Control (Guangzhou 510160) Gu Lihong and Zhu Pinye

Abstract Contents of andrographolide (I) and 14-deoxy-11, 12-didehydroandrographolide (II), the two bicyclic diterpenoid lactones in fifteen batches of the crude herb *Andrographis paniculata* (Burm. f.) Nees obtained from the market were determined by TLCS. The results showed that 26.7% of the samples were more rich in II than I, and 53.3% of the samples were more rich in I than II. The remaining 20.0% showed a difference within ±10%.

Key words *Andrographis paniculata* (Burm. f.) Nees andrographolide 14-deoxy-11, 12-didehydroandrographolide

穿心莲为爵床科植物穿心莲 *Andrographis paniculata* (Burm. f.) Nees 的干燥地上部分,其主要有效成分为穿心莲内酯、新穿心莲内酯、去氧穿心莲内酯及脱水穿心莲内酯^[1]等。我们在起草《中华人民共和国药典》1995年版“穿心莲”质量标准时,发现药材供试液薄层色谱中,荧光淬灭斑点以脱水穿心莲内酯为主,因此含量测定项选择脱水穿心莲内酯为测定指标。此后,在标准的执行过程中,陆续发现了一些问题。我们在原方法^[2]的基础上对展开剂等进行了改进,对重新收集的 15 批商品药材作了测定,并同时测定了穿心莲内酯的含量,为进一步完善穿心莲质量标准提供了可靠依据。

1 仪器、试剂和材料

岛津 CS-930 型薄层扫描仪,定量毛细管(美

国);硅胶 GF₂₅₄(中国青岛海洋化工集团公司出品),穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯(中国药品生物制品检定所提供,均为含量测定用),所用试剂均为分析纯。

共收集广东、广西、福建 3 省的 15 批商品药材,均经过鉴定。

2 方法与结果

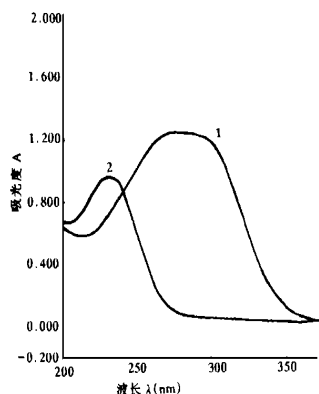
2.1 分析条件

2.1.1 薄层扫描条件:双波长反射法线性扫描,狭缝宽度 6 mm×0.4 mm,线性参数 $S_X=3$ 穿心莲内酯 $\lambda_S=228$ nm, $\lambda_R=370$ nm;脱水穿心莲内酯 $\lambda_S=263$ nm, $\lambda_R=370$ nm,两对照品在紫外光区域的光谱扫描图见图 1。

2.1.2 薄层条件:《中华人民共和国药典》1995 年版采用氯仿-丙酮(15:7.5)为展开剂,展开时斑点

* Address: Gu Lihong, Guangzhou Institute for Drug Control, Guangzhou

顾利红,女,副主任药师。1988年毕业于中国药科大学中药学院中药系,获理学学士学位。1991年毕业于中国药科大学中药学院生药学专业,获理学硕士学位。现在广州市药品检验所从事中药检验及中药材、中成药质量标准制订、部颁标准和中国药典部分品种的起草工作。



1 穿心莲内酯 2 脱水穿心莲内酯

图 1 紫外光区域光谱扫描图

稍扩散,且有时拖尾,改用氯仿-醋酸乙酯-甲醇(8:6:0.8)为展开剂,穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯分离度好,斑点 Rf 值适中。用 0.3% CM C-Na 为粘合剂铺制硅胶 GF₂₅₄板(20 cm×10 cm)。

2.2 线性范围试验:取穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品各 5 mg,分别精密称定,置 5 mL 量瓶中,用无水乙醇溶解并定容至刻度,摇匀,作为混合对照品溶液。分别精密吸取 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 μL 点样于同一硅胶 GF₂₅₄薄层板上,展开,取出,晾干,置紫外光灯 254 nm 下定位,按上述条件扫描测定,以斑点面积积分值为纵坐标,对照品浓度为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程为:

$$\text{穿心莲内酯 } Y = 1137.79 + 2468.66X$$

$$r = 0.996$$

$$\text{脱水穿心莲内酯 } Y = 1736.59 + 2667.67X$$

表 1 样品测定结果

编号	来源	收集时间	药材概况	穿心莲内酯	脱水穿心莲内酯	总量
				(%)	(%)	(%)
1	广东英德	1998-03-02	有果	0.398	1.157	1.555
2	福建漳浦	1998-03-02	有果	1.090	0.496	1.586
3	广东饶平	1998-03-02	叶多约占 50%	0.738	0.733	1.471
4	新会药检所	1997-12-18	梗多,色枯黄	0.424	0.322	0.746
5	白云山中药厂	1997-10	全株,无果	0.840	0.436	1.276
6	白云山中药厂	1997-12	大部分为叶,有果	2.209	1.117	3.326
7	广州药材公司	1997-12	全株,色枯黄	0.143	1.318	1.461
8	肇庆药检所	1997-12-05	梗多,色枯黄	0.540	0.309	0.849
9	韶关药检所	1997-12-04	梗多,果多,色枯黄	0.449	0.312	0.761
10	南宁饮片厂	1998-02-26	有果	0.453	0.306	0.759
11	南宁医药公司	1998-02-26	果极少	0.963	1.112	2.075
12	南宁医药公司	1998-02-26	全株,有果	1.138	0.994	2.132
13	南宁药材站	199-02-26	有果	0.591	0.634	1.225
14	广西药材站	1998-02-26	无果,色枯黄	0.574	0.479	1.053
15	汕头药厂	1996-08	少果	0.315	0.902	1.217

3 讨论

3.1 实验中发现相同点样浓度时,脱水穿心莲内酯

$$r = 0.998$$

结果表明两成分在 0.5~5.0 μg 范围内均呈良好线性关系

2.3 稳定性试验:精密吸取混合对照液 2 μL 点样,依法展开、扫描,每隔一定时间测定一次斑点峰面积积分值,结果两者在 4 h 内稳定, RSD 分别为 1.63% 和 1.70%。

2.4 精密度试验:精密吸取混合对照液 2 μL 点样,共 8 个点,展开,扫描,平均积分值分别为穿心莲内酯: 6 626.05, RSD= 2.27% (n= 7); 脱水穿心莲内酯: 7 253.33, RSD= 2.79% (n= 7)

2.5 重现性试验:取同一来源药材(样 3),分别取样测定,测得结果穿心莲内酯含量为 0.78%, RSD= 2.29% (n= 6); 脱水穿心莲内酯含量为 0.733%, RSD= 0.97% (n= 6)。

2.6 样品测定:取样品粗粉 0.5 g,精密称定,加乙醇 30 mL 先冷浸 30 min,再超声处理 30 min,滤过,残渣用乙醇适量洗涤 3 次,并入滤液,蒸干,残渣加无水乙醇适量使溶解,定量转移至 5 mL 量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。取供试品溶液 2~4 μL,混合对照品溶液 1 μL 与 3 μL 点样,依法测定,结果以干燥品计算,见表 1

2.7 加样回收试验:精密称取同一来源样品 0.25 g,准确加入一定量的穿心莲内酯及脱水穿心莲内酯对照品,依法提取测定,计算回收率。穿心莲内酯为 99.5%, RSD= 2.5% (n= 6),脱水穿心莲内酯为 99.8%, RSD= 2.8% (n= 6)

的荧光淬灭斑点明显大于穿心莲内酯。测定结果表明 15 批样品中,穿心莲内酯含量高于脱水穿心莲内

酯的占 53.3%,穿心莲内酯含量低于脱水穿心莲内酯的占 26.7%,两者含量差异在±10%以内的占 20.0%。药理研究表明穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯都有一定的抑菌、抗炎作用^[3,4],因而以两者的总量作为衡量穿心莲药材质量优劣的指标更为合理。

3.2 穿心莲药材的性状与其有效成分的含量有着直接联系,本次收集的样品中,大部分药材均呈墨绿

色,而叶和枝、梗均呈枯黄色的药材,其穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯含量均偏低。

参考文献

- 1 中国人民解放军广州军区药训队. 中草药通讯, 1974, 5(1): 43
- 2 中华人民共和国药典. 广州: 广东科技出版社, 1995 237
- 3 邓文龙,等. 药学通报, 1982, 17(4): 3
- 5 孟正木,等. 中草药通讯, 1979, 10(7): 6

(1999-03-22收稿)

HPLC法比较不同工艺制备的黄连解毒汤及日本汉方黄连解毒汤中的生物碱含量

沈阳药科大学中药系(110015)

沈 嘉*

孙春梅**

徐荣源**

沈阳大学师范学院化学系

王 颖

摘 要 用 HPLC法测定 4种不同工艺制备的黄连解毒汤提取物粉末及 2种日本汉方颗粒剂黄连解毒汤中的小檗碱和巴马汀含量。结果表明此方法简便、快速、精密度高、回收率较好。采用此法比较了上述 6种黄连解毒汤的生物碱含量。结果是新工艺制备的提取物中生物碱含量最高,其中小檗碱含量分别是东洋、津村黄连解毒汤的 6倍和 13.8倍,是传统水煎提取物的 3倍。

关键词 小檗碱 巴马汀 黄连解毒汤汉方制剂

Determination of Berberine and Palmatine in Chinese Decoction of Compounded Coptis in Comparison with Japanese Kampo“Oren-gedoku-to” by HPLC

Department of Chinese Materia Medica, Shenyang Pharmaceutical University (Shenyang 110015) Shen Jia, Sun Chunmei and Xu Rongyuan

Department of Chemistry, Normal College of Shenyang University Wang Ying

Abstract Contents of berberine and palmatine in four powdery preparations from “Antidotal Decoction of Compounded Coptis” and two granular Japanese Kampo “Oren-gedoku-to” were determined by HPLC. Results showed that powdery preparation obtained by the new production process showed a higher content of the two alkaloids than the two Japanese Kampo 6~13.8 times and about 3 times of the products obtained from the traditional water decoction process. The HPLC determination was shown to be simple, rapid, with high precision and satisfactory recovery.

Key words berberine palmatine “Oren-gedoku-to” Japanese Kampo medicine

黄连解毒汤(以下简称 HLJDT)原载于唐·《外台秘要》,由黄连、黄芩、黄柏和栀子组成,为清热解毒的代表方。近年来被用于高血压、中风后遗症、老年痴呆症。前文报道不同工艺制备的 HLJDT提取物与日本汉方制剂中黄芩苷与栀子苷含量进行比较研究^[1~3]。本文报道生物碱测定结果。

1 仪器与色谱条件

LC-10AT液相色谱仪(日本岛津), SPD-10AV紫外可见检测器, C-R6A 数据处理机; CX-25超声清洗器;分离柱: Kromasil C-18(5 μ m, 150 mm $\times$ 4.60 mm id);前置柱 YWG C₈(10 mm $\times$ 4.60 mm id);流动相: 乙腈-水(30:70),含 20 mmol/L K₂HPO₄,流速: 1 mL/min;柱温室温;检测波长: 346 nm^[4]。

* Address: Shen Jia, Department of Chinese Materia Medica, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang

沈 嘉 女, 1982年毕业于沈阳药学院, 学士, 高级工程师。从事药用植物及复方中药有效成分富集提取及活性测定工作。1991年~1993年在瑞典 Uppsala大学生物医学中心进行药用植物中血小板活化因子(PAF)拮抗剂、5脂氧合酶、环氧合酶抑制剂的体外筛选工作, 参加银杏标准提取物研究工作。1996年 8月~1997年 3月应日本岛根医科大学邀请, 参加文部省课题, 进行复方中药中抗炎及免疫调节成分研究等。在国内外刊物上发表论文近 20篇。“无糖富集有效成分提取物及其制品”获国家发明专利。

** 本校 62期毕业实习生