

HPLC法测定玉叶解毒颗粒中绿原酸含量

桂林三金药业集团公司 (541004) 魏 明

桂林医学院 苏启表

玉叶解毒颗粒是国家中药保护品种,由玉叶金花、金银花、积雪草等多种中药配伍而成,具有清热解毒、辛凉解表之功效。本文用 HPLC法测定其中绿原酸的含量,方法简单,重现性好,平均回收率 100.53%, RSD 为 1.4% ($n=4$)。

1 仪器与试剂

SP8800高效液相色谱仪,SPUV-2000检测器;绿原酸对照品由中国药品生物制品检定所提供,玉叶解毒颗粒由桂林三金药业集团公司提供,甲醇为色谱纯,其余所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: μ Bondapak C₁₈ (200 mm $\times$ 4 mm, 10 μ m)柱,柱温 25 $^{\circ}$ C,流动相为甲醇-水-冰醋酸 (28:72:0.5)^[1],流速 0.8 mL/min,检测波长 328 nm。

2.2 标准曲线

2.2.1 对照品溶液的配制:精密称取绿原酸 5.24 mg,置 25 mL容量瓶中,以 60%乙醇溶解并稀释至刻度,分别吸取 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL置 10 mL容量瓶中,以 60%乙醇定容,摇匀,即得。

2.2.2 标准曲线的计算:吸取对照品液各 10 μ L,分别注入高效液相色谱仪中,依法测定,以峰面积 (A)对进样液浓度 (C)回归,得直线方程 $C=5.028 \times 10^{-7} + 2.124 \times 10^{-11} A$ ($r=0.9999$),表明绿原酸量在 0.21~1.05 μ g 范围内线性良好。

2.3 样品测定

2.3.1 样品溶液配制:取玉叶解毒颗粒约 1 g,精密称定,置 25 mL量瓶中,60%乙醇定容至刻度。

2.3.2 样品测定:将样品溶液用 0.25 μ m 微孔滤膜过滤,取滤液各 10 μ L,分别注入高效液相色谱仪中,依法测定,每份样测两次,测定其中绿原酸的含量,结果见表 1。

表 1 样品中绿原酸含量的测定 (mg/g)

批号	1	2	$RSD(\%)$
980301	1.84	1.79	1.9
980302	1.62	1.66	1.7
980303	1.18	1.16	1.2
980304	1.63	1.61	0.9
980305	1.62	1.61	0.4
980306	1.26	1.27	0.6
980307	1.48	1.46	1.0
980308	1.63	1.61	0.9
980309	1.55	1.52	1.4
980310	1.67	1.63	1.7

2.4 回收率测定:加样回收率测定结果为 100.53%, $RSD=1.4\%$ ($n=4$)。

3 讨论

3.1 玉叶解毒颗粒含有多种成分,干扰较大,而测定绿原酸,除金银花外,其他药材总含量在 3% 以下,干扰不大,所以用测定绿原酸的含量控制玉叶解毒颗粒的产品质量具有参考价值。

3.2 玉叶解毒颗粒分别用 50%乙醇液、60%乙醇液、50%甲醇液、甲醇液作为溶剂提取绿原酸^[2],发现 60%乙醇液作溶剂时,液相的分离效果最好。

参考文献

- 1 刘 启,等.中国医院药学杂志,1995,15(7):309
- 2 张 丹,等.药物分析杂志,1996,16(2):83

(1999-09-02收稿)

人参根渣中人参多糖的含量检测

哈尔滨制药三厂 (150010) 梁 燕 乔慧玲 栾东晓

人参多糖是人参的主要成分之一,具有免疫功能显著促进作用,有消除气虚、烦躁、头目不清、四肢倦乏之功效。我厂生产人参蜂王浆几十年,人参精提取后剩余的大量根渣是应充分利用,因此人参多糖

的开发利用是具有广阔前景的。

1 原料 试剂 仪器

原料:人参多糖粗品(根渣),裴林试剂(碱性酒石酸铜),配制:①硫酸铜结晶 6.93 g,加水溶解至

100 mL, ② 酒石酸钾钠结晶 34.6 g 与氢氧化钠 10 g 加水溶解至 100 mL, 高锰酸钾液 (0.004 mol/L), 6 mol/L 盐酸, 20% 氢氧化钠, 硫酸高铁溶液。

2 试验方法

2.1 葡萄糖标准曲线: 精密量取分析纯葡萄糖 0.2 g 置于 200 mL 容量瓶中, 溶解稀释至刻度为对照品。分别取对照液 10.0, 15.0, 20.0, 25.0, 30.0 mL 置于 150 mL 三角烧瓶中, 加水至 30 mL, 加斐林试液①、②各 20 mL, 摇匀, 加热 4~5 min, 用冷水冷却, 产生氧化亚铜沉淀, 滤过, 用 50℃ 水洗涤沉淀, 至洗液中性, 弃去滤液, 沉淀用硫酸高铁溶液 50 mL 溶解, 滤器用水洗涤, 将滤液和洗液合并于三角烧瓶中, 用高锰酸钾液滴定至粉红色。

回归方程: $Y = 0.66X - 0.41, r = 0.9999$

2.2 人参多糖含量: ① 单糖的测定: 精密称取 0.2 g 人参多糖置 100 mL 容量瓶中加水至刻度, 振摇, 精密量取 10 mL, 同上法操作, 得高锰酸钾消耗毫升数。

② 多糖的测定: 精密称取 0.2 g 人参多糖置三角烧瓶中, 加水 15 mL, 6 mol/L 盐酸 10 mL, 加热回流 40 min, 用 20% 氢氧化钠溶液调 pH 值为中

性, 置 100 mL 容量瓶中加水至刻度。精密量取 10 mL, 同上法操作得高锰酸钾消耗毫升数。以毫升数查标准曲线可得葡萄糖毫克数。含量计算:

$$\text{单糖}(\%) = \frac{\text{葡萄糖毫克数} \times \text{样品稀释倍数}}{\text{样品重量}} \times 100\%$$

$$\text{多糖}(\%) = \frac{\text{样品水解葡萄糖毫克数} \times \text{样品稀释倍数}}{\text{样品重量}} \times 100\%$$

$$\text{人参多糖}(\%) = \text{多糖}(\%) - \text{单糖}(\%)$$

③ 回收率试验: 分别量取 0.5, 1, 2, 4, 6, 8, 10 mL 上述葡萄糖对照液置多糖水解液中, 同上法操作, 平均回收率 99.00%。RSD = 0.24%。

2.4 样品结果: 8 批测定结果多糖含量为 64.05%。

3 讨论

3.1 在测定葡萄糖标准曲线时, 由于没有葡萄糖标准品, 所以用分析纯葡萄糖 (含量在 99% 以上)。

3.2 在实验过程中, 采用多组平行试验, 确保了数据的准确性, 但由于各批人参根渣原料来源不同, 前期处理略有不同, 会使多糖数量不同, 但差异不大, 多糖含量达到 64%, 具有很高利用价值。

(1999-12-18 收稿)

国产红豆杉各部位紫杉醇含量分析

深圳大学科技研究院 (518060) 张 鸿

云南大理师范高等专科学校 杨明惠

紫杉醇^[1-3]目前国内的来源仍主要是从红豆杉树皮中提取, 资源十分短缺。本文对云南红豆杉 *Taxus yunnanensis* 和南方红豆杉 *T. chinensis* 的皮、根、叶、嫩枝、木和种子及东北红豆杉 *T. cuspidata* 的皮、木、嫩枝和叶中紫杉醇含量进行了分析比较, 为合理开发红豆杉, 提供了实验数据。

1 实验部分

1.1 仪器: 岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, SPD-6V 紫外检测器, 大连化学物理所产 C_{18} 柱 (4 mm × 250 mm), CX-250 型超声振荡器及 80-2 型离心机。

试剂 试药: 紫杉醇为 Sigma 公司出品, 其它试剂均为国产分析纯试剂。

1.2 样品采集及制备: 所有样品于 1997 年 4 月分别采集于云南省丽江地区和黑龙江省穆稜县, 样品采集后在阴凉通风处干燥, 冰箱内避光保存。

1.3 样品溶液制备: 干燥样品粉碎后过 40 目筛, 准确称取粉末 2 g, 置于 50 mL 磨口具塞三角瓶中, 以

20 mL 甲醇超声萃取 30 min, 留上清液, 沉淀复加 20 mL 甲醇, 重复操作。合并上清液, 过滤除渣, 滤液于 50℃ 水浴减压蒸干, 残留物溶于 10 mL 水, 并加入 10 mL 二氯甲烷, 超声萃取 5 min, 离心, 分离二氯甲烷, 水层复加 10 mL 二氯甲烷, 重复操作。合并二氯甲烷层, 室温下减压蒸干, 剩余物定溶于 0.5 mL 甲醇。叶、嫩枝样品的甲醇液, 上氧化铝柱, 用氯仿洗脱至无色, 然后用甲醇洗脱, 收集甲醇液于 50℃ 水浴减压蒸干, 残留物溶于 0.5 mL 甲醇, 制备液均经 0.45 μm 过滤器过滤, 滤液供 HPLC 分析。

1.4 分析方法: 采用文献^[4]报道的方法。流动相: ME0H-H₂O (65:35); 流速: 1 mL/min; 检测波长: 225 nm; 灵敏度: 0.16 AUFS; 进样量: 40 μL, 室温下外标法进行定量分析。

2 结果

测定结果见表 1

(下转第 470 页)