开的葛根制剂, 亦可采用本法测定。

3. 2 本文采用硅胶 G 高效薄层双波长扫描法对玉泉丸中葛根素进行了含量的测定, 方法快速简便, 稳定性和重现性好, 板间误差小, 回收率高, 为该中成药的质量分析和控制提供方便、可靠的依据和方法。

参 考 文 献

1 陈馥馨主编 . 新编中成药手册 . 北京: 中国医药科技出版社, 1992: 185

2 徐礼 , 刘爱茹, 张香琴, 等 . 药学学报, 1987, 22(3): 208

(1999-07-05 收稿)

HPLC 法测定小儿宣肺止嗽颗粒剂中大黄素的含量

天津市儿童医院药剂科(300074) 于 和

天津市南开医院药剂科 李立程

天津市力生制药厂 肖文惠 史 欣 唐世煜

小儿宣肺止嗽颗粒是由前胡、薄荷、鱼腥草和大黄等 11 味中药组成的复方制剂, 具有宣肺清热、化痰止咳的功效, 在临床上用于治疗小儿肺热咳嗽, 上呼吸道感染及支气管所致的咳嗽不爽、痰黄粘稠、面赤唇红和大便干燥等症。我们建立了 HPLC 法测定其中有效成分大黄素的含量, 结果准确, 可靠, 操作简便, 可用于该产品的质量控制。

1 仪器与试药

高效液相色谱仪 美国 Waters 515 型泵, 7725 Ⅰ型手动进样器, 486 型紫外检测器, PC800 数据处理软件; 大黄素对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 9608), 试剂为分析纯, 水为重蒸馏水。

小儿宣肺止嗽颗粒, 由天津市力生制药厂生产, 批号: 9608001, 9608002, 9608003。

2 色谱条件

色谱柱: 十八烷基硅烷键合硅胶, 流动相: 甲醇-0. 1% 高氯酸(80∶20), 流速: 1. 2 mL/ min, 检测波长 254 nm, 柱温: 室温。

3 溶液配制

3. 1 对照品溶液的制备: 精密称取大黄素对照品约 5 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇适量, 超声处理使溶解, 并用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 3 mL 置 10 mL 量瓶中加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

3. 2 供试品溶液的制备: 取小儿宣肺止嗽颗粒约 5 g, 精密称定, 加水 20 mL, 盐酸 1 mL, 置水浴中, 加热 1 h, 放冷, 加氯仿 80 mL 回流 3 h, 用脱脂棉滤过, 滤液置分液漏斗中, 分取氯仿层, 再用氯仿 20 mL 洗涤容器和残渣, 合并洗液与滤液, 用水洗 3 次, 每次 20 mL, 弃去水洗液, 取氯仿溶液置蒸发皿中, 用少量氯仿洗涤容器, 并入蒸发皿中, 蒸干, 残渣物用适量甲醇溶解并移入 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

测定法: 分别精密吸取对照品溶液及供试品溶液各 20 μL, 注入液相色谱仪, 测定, 计算, 即得。本品每 1 g 含大黄素应不低于 0. 052 mg。

4 实验方法与结果

4. 1 线性关系的测定及标准曲线的绘制: 精密量取大黄素对照品溶液 1. 0, 2. 0, 3. 0, 4. 0, 5. 0, 6. 0, 7. 0, 8. 0, 9. 0 mL 分别置于 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 各取 20 μL 进样, 测试, 以对照品的峰高为纵坐标, 对照品溶液的浓度(mg/ mL) 为横坐标, 绘制标准曲线。得回方程为: $Y = 6.4 + 4.6 \times 10^4 X$, $r = 0.999\ 9$, 在浓度 0. 004～0. 036 mg/ mL 范围内线性关系良好。

4. 2 回收率试验: 试验采用加样回收法: 精密称取已知大黄素含量的供试品约 5 g, 精密加入大黄素对照品适量, 照供试品溶液的制备方法制备样品溶液, 精密吸取 20 μL 进样, 测试, 测得大黄素的平均回收率为 101. 18%; $RSD = 3.38\%$ ($n = 5$)。

4. 3 空白试验与供试品含量测定: 取不含大黄素的空白样品适量, 精密称定, 按 “供试品溶液的制备 ”项下操作, 精密吸取 20 μL 进样测试, 结果表明: 空白样品在大黄素出峰处无干扰峰, 且流动相、溶剂(甲醇) 对大黄素峰无干扰。

取 3 个批号(9608001、9608002、9608003) 的小儿宣肺止嗽颗粒约 5 g, 精密称定, 照 “供试品溶液制备 ”项下操作, 分别精密吸取 20 μL , 测定, 结果见表 1。

4. 4 精密度与稳定性试验: 照含量测定方法, 对同一供试品溶液进行多次测定($n = 6$), 考察其精密度 RSD= 0. 011%; 对同一供试品每小时测定一次, 在 8 h 内含量测定结果稳定。

表 **1** 供试品测定结果(n= 3)

供试品批号	峰面积	含量(mg/mL)
9608001	514 757	0.069 6
9608002	523 958	0.070 6
9608003	510 822	0.067 4

4.5 重复性试验: 对同一批样品进行(n= 6)含量测定, 结果: $\bar{x}$= 0.061 4(mg/mL); RSD= 4.16%。

5 讨论

5.1 在本文的供试品溶液的制备方法和色谱条件下, 小儿宣肺止嗽颗粒中的大黄素峰分离完好, 辅料对主峰测定不干扰。方法灵敏度高, 结果准确, 可作为小儿宣肺止嗽颗粒的质量控制分析方法。

参 考 文 献

1 洪筱坤, 王智华。中成药, 1996, (18) 4: 38
2 罗 文, 江 萍。药物分析杂志, 1989, (9) 5: 259

(1999-11-25 收稿)

肺心片的质量控制

江苏镇江中药厂(212005) 耿同全* 巫伟平 刘 越

肺心片具有补血养心, 益肾活血之功效, 主要用于慢性肺源性心脏病缓解期及阻塞性肺气肿。本品原标准中仅有丹参的薄层色谱鉴别, 现在根据其配方, 对方中虎杖, 淫羊藿进行薄层层析鉴别。

1 仪器与试药

三用紫外分析仪, 薄层层析硅胶 G(青岛海洋化工厂), 实验用试剂均为分析纯。

肺心片由镇江中药厂生产, (批号 950118、941128)。

虎杖对照药材、淫羊藿苷对照品由中国药品生物制品检定所提供。

2 实验部分

2.1 虎杖的薄层层析

2.1.1 肺心片样品的制备: 取本品 10 片, 除去糖衣, 研细, 加乙醇 30 mL。回流提取 1 h, 滤过, 滤液浓缩至 5 mL, 即得供试品溶液。

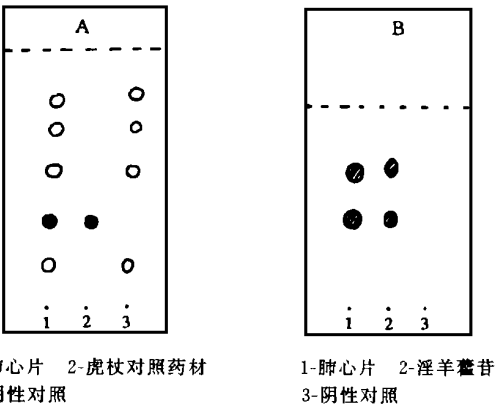
2.1.2 虎杖对照药材的制备: 取虎杖对照药材 3 g, 同上法制得对照药材溶液。

2.1.3 阴性对照液的制备: 取缺虎杖的肺心片按上法制备即得。

2.1.4 薄层层析: 吸取上述溶液各 5 μL, 分别点于同一硅胶 G 板上, 以正己烷-甲苯-醋酸乙酯(4∶2∶1)为展开剂, 按上行法展开, 取出, 晾干, 供试品与对照药材的色谱中, 在相应的位置上, 显相同的黄色斑点。氨气熏后, 显淡红色, 层析结果见图 1。

2.2 淫羊藿薄层层析

2.2.1 样品的制备: 取本品 15 片, 除去糖衣, 研细, 加乙醇 20 mL, 温浸 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 1 mL 使溶解, 即得供试品溶液。



1-肺心片 2-虎杖对照药材 3-阴性对照

1-肺心片 2-淫羊藿苷 3-阴性对照

图 **1** 样品薄层图

2.2.2 阴性对照品的制备: 取缺淫羊藿的肺心片按上述法制备。

2.2.3 淫羊藿苷对照品的制备: 取淫羊藿苷对照品, 加甲醇制成 0.5 g/mL 的溶液, 即得。

2.2.4 薄层层析: 吸取上述溶液各 10 μL, 分别点于同一硅胶 H 板上, 以醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10∶1∶1∶1)为展开剂, 按上行法展开, 取出, 晾干置紫外灯 365 nm 下检视, 对照品与供试品在相应位置上显相同的斑点。层析结果见图 1-B。

3 小结

肺心片中采用上述方法, 分别能检出虎杖, 淫羊藿, 其重现性好, 结果可靠, 方法简便, 建议用来控制肺心片的质量。我单位现已经在原《江苏省药品标准》中该品种鉴别项下增加这两味药的薄层层析, 申请上《卫生部药品标准》。

(1999-09-20 收稿)

* 耿同全 研究生, 主管药师, 现任江苏省镇江药业集团有限责任公司副总经理兼镇江中药厂厂长。专业研究方向: 药学。