

分中的 5 种成分消失了,而其它 4 种成分亦有不同程度的损失。2)在保留时间为 7.233 min 时,两者均有最大含量,新工艺为 31.4%,而原工艺仅为 22.4%,新工艺提高了 40.18%。

由此结果并结合文献^[3]的结论可以得出超滤法能有效地保留药效成分并保证产品质量,药液澄清透明,保质期内不沉淀。

2.2 渗漉法和超滤法结果比较:见表 2 蜂乳精口服液的有效成分为 10-HAD 和人参皂苷,采用薄层层析法分析。采用超滤技术的新工艺比老工艺样品中的 10-HAD 含量高一倍,样品 2 比样品 3 高 10%,样品 3 比样品 4 高近 10%,样品 2 是样品 1 含量的 2.24 倍。原工艺生产的口服液存在沉淀问题,用新工艺生产的口服液久置不沉淀,解决了口服液沉淀问题。

表 2 蜂乳精样品中标示有效成分含量

样品含量	10-HAD(μ g/L)	人参皂苷 (mg/10 mL)
1	0.133 8	0.015
2	0.299 8	0.147
3	0.271 2	0.155
4	0.248 6	未检出

1 为渗漉工艺生产的蜂乳精口服液,2 为原液,3 为超滤新工艺,4 为新工艺浓缩液。

3 结论

3.1 超滤法制备的口服液可充分保留药液的有效成分,保证了成分含量的稳定性,使制剂生产厂能对制剂的成分含量进行标示。超滤法节约了大量能源与乙醇,生产效率提高,生产周期缩短,明显提高生产能力。

3.2 本文采用的是气相色谱仪,故可能仍有部分有效成分不易气化而未被检出。尽管如此,色谱-质谱联用技术用于中药液有效成分分析的结果仍然对未知成分的确定有指导意义。

参考文献

- 1 毕建伟,张乃慧. 山东医药工业,1998,17(3): 25
- 2 韩桂茹,徐韧柳,冯丽,等. 中国中药杂志,1993,18(5): 286
- 3 周强. 川药报刊,1992,3: 56
- 4 李莉,俞加林. 黑龙江医药,1988,3: 30
- 5 邵刚. 膜法水处理技术. 北京: 冶金工业出版社,1992: 190
- 6 Patrick M. Membrane Separation Process. Amsterdam Elsevier Scientific, Publishing Compang, 1976: 107
- 7 简惠,牟杰. 山东医药工业,1992,11(4): 21
- 8 杨新谓,张善政,邓丽仪,等. 中成药,1991,13(2): 49; 1994,16(1): 49
- 9 简惠. 中药新药与临床药理,1994,5(1): 48
- 10 董福英,程传格,刘建华,等. 分析测试学报,1999,18(5): 73

(2000-02-18 收稿)

薄层扫描法测定夏天无中原阿片碱的含量

江西省药品检验所(南昌 330046)

江西余江制药厂

罗跃华* 熊蔚 许妍

徐发红 于肖辉

摘要 目的: 建立夏天无药材中原阿片碱的含量测定方法。方法: 采用双波长扫描法,二次薄层色谱展开,扫描,外标两点法计算。结果: 原阿片碱斑点峰面积在 4 h 内稳定,回收率为 96.9%, RSD 在 2% 以内,重复性试验 RSD

3.1%。结论: 该方法稳定,可行,具有实用性。

关键词 薄层扫描法 夏天无 原阿片碱

夏天无收载于《中华人民共和国药典》1995 年版一部,为罂粟科植物伏生紫堇 *Corydalis decumbens* (Thunb.) Pers. 的干燥块茎,功能活血通络止痛,用于高血压偏瘫,小儿麻痹后遗症,坐骨神经痛,风湿性关节炎等。夏天无含原阿片碱 (protopine) 等多种生物碱类成分^[1~3]。目前报道的夏天无中生物碱含量测定方法主要是比色法测定其总生物碱量^[4,5],专属性不强。我们对夏天无中的原阿片碱建立了薄层色谱扫描测定法,以控制夏天无的质量。

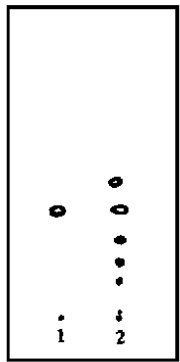
1 仪器与试药

CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津),定量

毛细管,美国(Drummond CO.),硅胶 G_{E54} 薄层板(青岛海洋化工厂),原阿片碱(本所制备,经中国药品生物制品检定所鉴定和标化),夏天无药材由江西余江制药厂收集和提供,经本所王汉章副主任药师鉴定均为 *Corydalis decumbens* (Thunb.) Pers. 的干燥块茎。所用试剂均为分析纯。

2 实验条件

2.1 层析条件: 吸附剂为硅胶 G_{E54},展开系统 A: 环己烷-异丙醇(40: 8),在氨蒸气饱和层析缸内; B: 环己烷-醋酸乙酯-二乙胺(80: 15: 5)。采用二次展开技术进行展开,先以 A 系统展开约 8 cm 取出,立即用热风挥干溶剂,置五氧化二磷的干燥器中 2 h,



再以 B 系统展开约 9 cm, 展开后在紫外光灯 UV₂₅₄ nm 下观察, 原阿片碱为荧光熄灭斑点, 与其它成分完全分离, 可以较好地扫描测定含量。层析结果见图 1

2.2 测定波长及主要扫描参数: 分别对原阿片碱对照品和供试品斑点, 在 200~370 nm 内扫描, 结果供试品与对照品光谱图一致, 在 288 nm 处有最大吸收, 在 320 nm 处有

最小吸收。确定 $\lambda_s = 288$ nm; $\lambda_R = 320$ nm, $S_X = 3$, 狭缝 1.2 mm × 1.2 mm, 反射法锯齿形扫描。

2.3 线性关系: 精密称取原阿片碱对照品 15.5 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加无水乙醇使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得 (每毫升含原阿片碱 1.55 mg) 精密吸取 1, 2, 3, 4, 5 μ L 点于同一块薄层板上, 展开, 测定, 回归方程为 $Y = 20221.6X + 96.7$, $r = 0.9993$, 采用外标两点法计算

2.4 稳定性试验: 精密吸取供试品溶液 3 μ L, 原阿片碱对照品溶液 2 μ L, 点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 依法展开, 并每隔 30 min 测定一次, 连续测 4 h, 结果在 4 h 内峰面积值基本保持不变, $\bar{x} = 100824$, $RSD = 0.3\%$ 。

2.5 精密度测定: 取 3 块薄层板, 每块薄层板上点供试品 5 点 (3 μ L), 对照品溶液 2 点 (1, 2 μ L), 展开, 测定, 结果 RSD 分别为 1.2%, 0.8%, 0.9%。

2.6 重复性试验: 取本品粗粉 3 g, 精密称定, 共 5 份, 置索氏提取器中, 加入氨水 1 mL 和氯仿适量, 室温放置过夜, 水浴中回流 6 h, 提取液蒸干, 残留物用无水乙醇-氯仿 (2:1) 混合液适量使溶解, 定量转移至 10 mL 量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。吸取上述供试品溶液 3 μ L, 对照品溶液 1 μ L 与 2 μ L, 分别交叉点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以环己烷-异丙醇 (8:1) 为展开剂, 置氨蒸气饱和的层析缸内, 预平衡 15 min, 展开约 8 cm, 取出, 立即用热风挥干溶剂, 置五氧化二磷的干燥器中 2 h 时, 再以环己烷-醋酸乙酯-二乙胺 (16:3:1.2) 为展开剂, 置氨蒸气饱和的层析缸内, 预平衡 15 min, 展开约 9 cm, 取出, 立

即置紫外光灯 (254 nm) 下检视定位, 扫描测定, 结果 $\bar{x} = 0.348\%$, $RSD = 3.1\%$ 。

2.7 回收率测定: 取已测知含量样品粗粉 5 份 (每份约 1.5 g), 分别加 10.12~10.45 mg 原阿片碱对照品, 制备供试品溶液, 展开, 测定, 计算回收率, 结果 $\bar{x} = 96.9\%$, $RSD = 2.8\%$ 。

2.8 夏天无药材中原阿片碱的测定: 夏天无药材 10 批, 分别精密称取粗粉 3 g, 制备各样品溶液, 层析展开, 扫描测定, 计算各批夏天无中的原阿片碱的含量, 结果见表 1

表 1 夏天无药材中原阿片碱含量测定结果

产地	采集时间	原阿片碱含量 (%) (n=3)
江西东乡	1997-03	0.57
江西弋阳	1997-03	0.50
江西黄庄	1997-04	0.52
江西扬洋	1997-05	0.51
江西上高	1997-05	0.44
江西马基	1997-03	0.53
江西赣州	1997-04	0.48
江西万年	1997-04	0.33
江西万载	1997-05	0.46
江西玉山	1997-04	0.42

3 讨论

3.1 本品主要化学成分是以原阿片碱为代表的苯甲基异喹啉等生物碱类化合物, 易溶于氯仿 (1:15), 难溶于乙醇 (1:900), 乙醚 (1:1000), 几乎不溶于水。所以选择氯仿为提取溶媒。少量氨水浸渍过夜后, 使样品细胞溶胀, 生物碱游离出来, 便于提取, 再用索氏提取 6 h 可被提取完全。

3.2 薄层扫描测定中一个很重要的先决条件是薄层层析分离的好否, 试验过程中曾采用以下展开系统: ① 环己烷-异丙醇 (40:8), 在氨蒸气饱和的层析缸内; ② 环己烷-醋酸乙酯-二乙胺 (80:15:5); ③ 醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液 (20:3:2:0.1); ④ 甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液 (4:5:0.6:0.4); ⑤ 正己烷-氯仿-甲醇 (7.5:4:1) 在碱性薄层板上分离, 均不及文中所述的二次展开的分离效果。

参考文献

- 1 柳雪枚. 药学通报, 1979, 14(8): 370
- 2 廖静, 梁文藻, 涂国士. 中国中药杂志, 1994, 19(10): 612
- 3 王大元, 程美章, 万春根, 等. 中西医结合杂志, 1986, 6(8): 477
- 4 廖静, 梁文藻. 中草药, 1993, 24(12): 354
- 5 韩剑明. 中药通报, 1988, 13(3): 165

(2000-01-07收稿)

欢 迎 投 稿

欢 迎 订 阅