

离心,精吸上清液 5 mL 于 25 mL 容量瓶中,加水至 6 mL,以下按 3.1 项下自“加 5% 的 NaNO_2 溶液 1 mL……”起处理,测定其吸光度,由回归方程求出总黄酮的含量,计算回收率,结果低、中、高三个浓度的加样回收率分别为 100.39 ± 2.88 , 102.36 ± 0.99 , 101.17 ± 0.36 ($n=3$)。

3.4 样品含量测定:精密吸取经一定稀释的本品适量置 10 mL 容量瓶中,用甲醇稀释到刻度,涡旋混匀,转移至离心管中离心,精吸上清液 4 mL 于 25 mL 容量瓶中,加水至 6 mL,以下按 3.1 项下自“加 5% 的 NaNO_2 溶液 1 mL……”起处理,测定其吸光度,由回归方程求出总黄酮的含量(相当于含芦丁的量),结果见表 1。

4 与质量有关的项目测定

按中国药典 1995 版检测,结果见表 1。

表 1 样品测定结果

批号	981201	990101	990601
相对密度	1.17	1.17	1.12
pH 测定	4.61	4.82	4.54
总黄酮含量	8.92 ± 0.04	11.88 ± 0.01	8.60 ± 0.18

注:总黄酮系 1 mL 剂中黄酮(相当于芦丁的量)的毫克数。

5 讨论

5.1 排石合剂中成分复杂,干扰因素多。本实验做过排石合剂、金钱草水煎液及除去金钱草外的其他几味中药水煎液经甲醇提取后,同上所述进行一系列的显色反应后的扫描曲线,发现前两者的扫描曲线相似,而后者在相应位置上却没有吸收峰,所以用本法的含量基本可以反映君药金钱草的质量。

5.2 本实验参考中华人民共和国药典,采用比色法测定处方中总黄酮的含量,经显色稳定性考察发现溶液的吸光度在 15~60 min 内基本保持不变,因此建议测定应在该时间段内完成。

5.3 上述试验结果表明,排石合剂中可定性的检出皂苷类、黄酮类、金钱草、怀牛膝等。依据上述结果,建议标准中规定,相对密度应不小于 1.08, pH 值在 4.0~5.0 之间,总黄酮含量以无水芦丁($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}$)计,每 1 mL 应不少于 5 mg。

参考文献

- 1 杨晓穗. 常用中药材真伪理化鉴别. 北京:中国医药科技出版社,1994:380
- 2 中华人民共和国药典. 一部. 广州:广州科技出版社,1995:58
- 3 中华人民共和国药典. 一部. 广州:广州科技出版社,1995:604
- 4 郑芙蓉,陈华庭,胡卫东. 时珍国药研究,1997,8(6):516

(1999-12-14 收稿)

山楂中牡荆素鼠李糖苷含量测定

西安天诚医药生物工程有限公司(710075) 崔延萍* 崔树玉

摘要 应用反相高效液相色谱法测定山楂中牡荆素鼠李糖苷含量,方法简便,分离重现性好,灵敏度高。

关键词 山楂 牡荆素鼠李糖苷 反相高效液相色谱法

山楂是蔷薇科植物山楂 *Crataegus pinnatifida* Bge. 的干燥成熟果实。长期以来山楂制品广泛用于临床,具有抑制甲状腺过氧化酶、抗癌、降压、抗炎、活血化滞、降低血脂和解痉的作用。其牡荆素鼠李糖苷是从山楂叶中分离得到的天然活性成分之一。我们采用反相高效液相色谱法,用外标峰面积对山楂提取物中牡荆素鼠李糖苷进行定量测定,方法简便,分离重现性好,灵敏度高。

1 仪器与试剂

1.1 仪器:美国 Waters 600 高效液相色谱仪, Waters 486 紫外检测,柱恒温箱, KQ-250 振荡仪, 10 μL 标准定量进样杯。

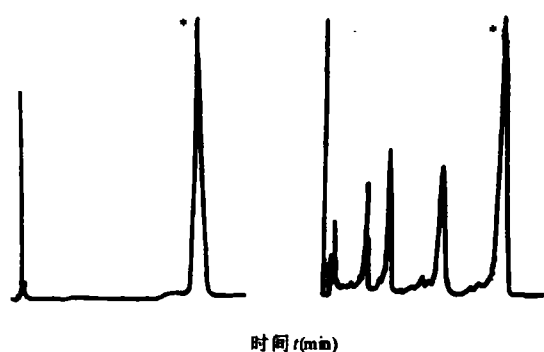
1.2 试剂:牡荆素鼠李糖苷对照品(Sigma)、四氢呋喃、乙腈、甲醇、磷酸为 AR 级;水为重蒸馏水。

2 方法和结果

2.1 色谱分析条件:Inertsil ODS-3(4.6 mm $\times$ 150 mm, 5 μm);流动相为四氢呋喃-乙腈-甲醇-水-磷酸(19.4:1:1:94:0.1);流速 1.0 mL/min;检测波长 254 nm;灵敏度 0.1 AUFS;分离度 2.02。在此条件下牡荆素鼠李糖苷与山楂中其它成分达到较好的分离,结果见图 1。

2.2 标准曲线制备:精密称取牡荆素鼠李糖苷 2.63 mg,置 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解至刻度,吸取 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.6, 0.8 mL, 分别置于 5.0

* Address: Cui Yanping, Xi'an Tiancheng Drugs & Bioengineering Co. Ltd., Xi'an



A-牡荆素鼠李糖苷 B-样品

图1 样品 HPLC 图

mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,分别取 10 μ L 进样,绘制标准曲线,回归方程为 $Y = 5.700 \times 10^{-8} + 5.15 \times 10^{-2}x$, $r = 0.9996$,牡荆素鼠李糖苷在 0.059 0 ~ 0.968 4 μ g 具有良好线性关系。

2.3 样品溶液制备:精密称取山楂样品 300 mg,置于 25 mL 量瓶中,加入甲醇适量,超声波振荡提取 25 min,冷却至室温,定容过滤,即得样品液。

2.4 精密度试验:精密吸取对照品溶液,先后进样 6 次,牡荆素鼠李糖苷含量 $RSD = 1.28\%$ ($n = 6$)。

2.5 回收率试验:精密称取已知含量的样品数份,精密加入一定量的牡荆素鼠李糖苷对照品,依上法测定,计算回收率为 98.87%, $RSD = 2.34\%$ ($n = 5$)。

2.6 重复性试验:取同一批号样品 6 份,按溶液制备方法平行处理,依法测定,求得 $RSD = 2.06\%$ 。

2.7 稳定性试验:室温下,样品在 1,2.5,4,6,12,24 h 进行测定,含量不变,说明样品在 24 h 内稳定。

2.8 样品含量测定:分别取本公司生产的样品按供试品溶液制备方法处理,依法测定,结果见表 1。

表1 样品中牡荆素鼠李糖苷含量测定 ($n = 4$)

批号	平均值(%)	RSD(%)
990103	1.88	1.53
990901	2.00	1.75
990910	2.44	1.82
991001	3.10	1.33
991201	1.63	1.10
991202	3.44	1.44

3 讨论

3.1 流动相的选择:山楂中牡荆素鼠李糖苷的 HPLC 测定方法未见报道,在试验过程中,发现此流动相体系的选择十分困难,用甲醇-水体系、乙腈-水体系、甲醇-乙腈-水体系等分离效果不理想,在反复摸索中,加入四氢呋喃,分离效果满意,峰对称性好,并达到基线分离,故选择了报道的流动相。

3.2 流动相体系的配比要求比较严格,否则影响峰型及出峰时间。

参考文献

- 1 郑虎占,董泽宏,余靖. 中药现代研究与应用. 第一卷. 北京:学苑出版社,1997:597
- 2 高光跃,冯毓秀. 药学学报,1995,30(2):138

(2000-03-31 收稿)

厚朴与碱性药物配伍对煎剂 pH 值和有效成分的影响

新疆医科大学附属中医医院(乌鲁木齐 830000) 薛洁* 夏昌隆 张璇

摘要 通过厚朴与碱性药物乌贼骨按不同比例配伍煎煮,观察煎液 pH 值和厚朴酚含量的变化。结果表明,随着乌贼骨用量的增加,煎剂 pH 值升高且厚朴酚含量显著增加 ($P < 0.01$)。

关键词 厚朴 配伍 煎剂 厚朴酚

中药方剂目前临床上仍广泛使用。中药煎剂中某些有效成分的含量受其 pH 值的影响。为此,我们通过实验对此进行了考察。

1 药材、试剂与仪器

药材厚朴和乌贼骨,购于新疆乌鲁木齐市药材公司,经我院质检科鉴定分别为木兰科植物厚朴 *Magnolia officinalis* Rehd. et Wils. 的干燥皮和乌

贼科动物曼氏无针乌贼 *Sepiella maindroni* de Rochebrune 的内贝壳。厚朴酚为含量测定用,批号 0729-9805,购自中国药品生物制品检定所。试剂为分析纯。乙腈为色谱纯。水为重水。

仪器:SS I-2001 型高效液相色谱仪(美国科学系统公司),SS I-525 型紫外检测器,SS I-IV 高压泵,7725 I 进样阀,SSI-数据工作站。

* Address: Xue Jie, Affiliated Hospital of TCM, Xinjiang University of Medical Sciences, Wulumuqi
薛洁(1962) 女,陕西省长安县人,副教授、副主任药师,主要从事中药制剂研究和新药开发。电话:(0991)5840784