

g,按供试液制备方法制成阴性对照液。取橙皮苷对照品,加甲醇制成 1 mg/mL对照液。取上述阴性对照液、供试液、对照药材液、橙皮苷对照液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 G薄层板,以苯-乙酸乙酯-甲酸(3:2:2)上行展开,取出,晾干,在紫外灯下检测,供试品、对照药材、对照品显相应的亮黄色荧光斑点,阴性对照品无干扰。见图 1

3 定量分析

3.1 含量测定:由于本品含有紫河车、鹿角胶等动物药材,含量测定方法采用氮测定法。取盆炎康胶囊 10粒,取出内容物,于研钵中研磨混合均匀。取混匀的内容物 0.5 g,精密称定,按《中国药典》(1995年版一部附录I X L, 55页)氮测定法第一法进行,测得氮量乘以 6.25即为总蛋白质含量。测定结果 $RSD=2.68\%$ ($n=5$),见表 1

表 1 样品总蛋白质含量测定结果

序号	样品量 (g)	含氮量 (mg)	蛋白质含量 (%)
1	0.5287	19.58	23.12
2	0.4992	17.21	21.55
3	0.4992	17.62	22.06
4	0.5000	17.76	22.20
5	0.4997	17.76	22.66

3.2 回收率试验:采用加样回收法,按含量测定项下方法操作,结果为 99.%, $RSD=2.34\%$ ($n=5$)

4 小结

盆炎康胶囊系由十多味中药组成的复方制剂,以薄层色谱法可鉴别出主要药材紫河车、丹参、莪术、陈皮,以氮测定法控制制剂中总蛋白质含量为 22.32%。本法为盆炎康胶囊的生产提供了简便有效的质量控制方法。

薄层扫描法测定息喘丸中麻黄碱含量

何艺兰,王云*

(广州中药一厂,广东 广州 510130)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)04-0324-02

息喘丸由无患子根、五指毛桃、白花鬼灯笼等中药加盐酸麻黄碱组成^[1]。该制剂质量标准研究选择了盐酸麻黄碱的含量作为质量控制指标,我们用双波长扫描法对其含量进行了研究。

1 药品和试剂

岛津 CS-9000双波长飞点扫描仪(日本),CAMAG点样器,939薄层铺板机,硅胶 G(青岛海洋化工厂),盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所),息喘丸为本厂产品,所有试剂均为分析纯

2 方法与结果

2.1 方法学考察

2.1.1 供试液的制备:取息喘丸 10 g粉碎,精密称取 2 g,置三角烧瓶中,精密加入 25 mL乙醇,称定重量,浸泡 2 h,再超声提取 30 min,放冷至室温,精密称重,用乙醇补足至原重量,滤过,弃去初滤液,取续滤液作为供试品液

2.1.2 对照品溶液的制备:精密称取于 105 $^{\circ}$ C干燥 2 h的盐酸麻黄碱标准品 10 mg,置 10 mL量瓶中,

加乙醇溶解,稀释至刻度,摇匀,即得 1 mg/mL对照品溶液

2.1.3 薄层层析及扫描:分别定量吸取供试品溶液 2 μ L,对照品溶液 1,3 μ L,分别点于同一含羧甲基纤维素钠的硅胶 G薄层板上,以氯仿-甲醇-氨水(100:8:1)^[2]为展开剂,上行展开至 8 cm,取出,晾干,喷以 0.5%茚三酮乙醇液,于 105 $^{\circ}$ C加热 5~10 min,显色,在薄层板上覆盖玻璃板,用胶布固定,进行双波长锯齿扫描,测定波长 520 nm,参比波长 670 nm,狭缝 0.4 mm \times 0.4 mm, $S_x=3$,按外标两点法计算供试品液中盐酸麻黄碱含量

2.1.4 线性关系考察:分别吸取对照品溶液 1,2,3,4,5 μ L点于同一含羧甲基纤维素钠的硅胶 G薄层板上,展开,显色,扫描。以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,进行线性回归,回归方程 $Y=14140+77417X$, $r=0.9998$,结果表明盐酸麻黄碱在 1~5 μ g范围内呈线性关系

2.1.5 斑点稳定性试验:吸取对照品溶液,点于薄

层板上,于显色后每隔一定时间扫描 1次,结果表明峰面积在 2 h 内稳定

2.1.6 精密度实验:在同一薄层板上点 5个同量斑点,展开显色后进行扫描测定峰面积,结果 $RSD=1.7\%$ 。

2.1.7 重现性实验:取同一批号的息喘丸依法测定 5次,结果 RSD 为 1.45%。

2.1.8 空白实验:将未加盐酸麻黄碱的息喘丸粉作为空白样品,按供试品的制备方法制成空白溶液,并进行扫描,结果在盐酸麻黄碱位置处无干扰。

2.1.9 回收率实验:取空白样品,分别精密加入一

定量标准品,按供试液项下制备方法制备供试液,依法测定,结果回收率为 100.86%, $RSD(\%)=2.27$

2.2 样品测定:按上述方法测定息喘丸 3批样品中盐酸麻黄碱的含量,结果分别为 10.2, 10.7, 10.2 mg/g

3 讨论

此法关键要掌握好喷显色剂的量,喷得太多会产生背景,影响扫描。

参考文献:

- [1] 广东省药品标准[S].上册.1987.
- [2] 王宝琴.中成药质量标准与标准物质研究[M].北京:中国医药科技出版社,1994.

(上接第 305页)

不下降。

化合物IV:黄色粉末(甲醇),mp 295℃~297℃,盐酸镁粉反应为阳性,Molish反应为阳性。提示可能为黄酮苷类化合物。其理化常数与波谱数据与文献报道 5,4'-二羟基-3',5'-二甲氧基黄酮-7-O-β-D-吡喃葡萄糖苷,即首蓿苷(tricin-7β-D-glucopyranoside)一致^[5,6]。

化合物V:白色针晶(甲醇),mp 199℃~200.5℃,溴甲酚绿显阳性,提示可能为有机酸类化合物。

$IR_{\max}^{KBr} \text{ cm}^{-1}$: 3360, 3240, 2960, 2930, 1700, 1610, 1520, 1460, 1410, 1370, 1320, 显示有碳基和苯环存在: EI-MS m/z (rel, int) 198(M^+ , 100), 183($[M-CH_3]^+$, 30), 181($[M-OH]^+$, 7), 155($[M-CH_3-CO]^+$, 8), 127(23), 67(11), 53(12), EI-MS 检索出最可能结构为 3,5-二甲氧基-4-羟基苯甲酸(丁香酸); $^1H NMR(CD_3COCD_3) \delta$ 7.33(2H,

s, H-2, 5), 3.88(6H, s, 3, 5-OCH₃), 硅胶薄层层析的 R_f 值与丁香酸标准品一致,二者的混合熔点不下降,进一步证明该化合物为丁香酸(syringic acid)。

参考文献:

- [1] 国家中医药管理局中华本草编委会.中华本草(精选本,上册)[M].上海:上海科学技术出版社,1996.
- [2] Gonzalez A G, Fraga B M, Gonzalez P, et al. $^{13}C NMR$ spectra of olean-18-ene derivatives [J]. Phytochemistry, 1981, 20(8): 1919-1921.
- [3] Tanaka R, Matsunaga S. Triterpene constituents from euphorbia supina [J]. Phytochemistry, 1998, 27(11): 3579-3584.
- [4] Kapoor R, Atal C K. Two unsymmetric tetracyclic triterpenoids from Gissus quadrangularis [J]. Phytochemistry, 1984, 23(2): 407-410.
- [5] Kurkin V A, Zapesochaya G G, Klyaznika V G. Flavonoids of the rhizomes of Rhodiola rosea [J]. Chemical of Natural Compound, 1982, 18(5): 550-552.
- [6] 龚云淮.天然有机化合物的 ^{13}C 核磁共振化学位移[M].昆明:云南科技出版社,1986.

邮 购 信 息

- ① 中国中药材真伪鉴别图典·常用贵重药材、进口药材分册,148元 ② 中国中药材真伪鉴别图典·常用根及根茎药材分册,160元 ③ 中国中药材真伪鉴别图典·常用种子、果实及皮类药材分册,150元 ④ 中国中药材真伪鉴别图典·常用花叶、全草、动物及其它药材分册,150元 ⑤ 植物活性成分辞典(陈惠芳主编),186元 ⑥ 《中华人民共和国药典》中药材外形组织粉末图解(赵达文主编),120元 ⑦ 中药八百种详解(侯士良主编),92元 ⑧ 现代实用中药鉴别技术(张贵君主编),76元 ⑨ 现代实用中药栽培养殖技术(孔令武主编),49元 ⑩ 现代实用中药质量控制技术(苗明三主编),97元 ⑪ 现代实用本草(上册)(陈德昌主编),105元 ⑫ 现代实用本草(中册)(陈德昌主编),130元 ⑬ 现代实用本草(下册)(陈清昌主编),82元 ⑭ 抗癌中药药理与应用(李宇彬主编),180元 ⑮ 中国本草彩色图鉴(上)(钱信忠主编),264元 ⑯ 中国本草彩色图鉴(中)(钱信忠主编),323元 ⑰ 中国本草彩色图鉴(下)(钱信忠主编),363元 ⑱ 中药鉴别紫外谱线组法及应用(袁久荣著),95元 ⑲ 全国中草药汇编(上)(谢宗万主编),127元 ⑳ 全国中草药汇编(下)(谢宗万主编),126元 ㉑ 全国中草药汇编彩色图谱(编写组),207.70元 ㉒ 全国中草药名鉴(上、下、索引)(谢宗万主编),468.20元 ㉓ 汉拉英中草药名称辞典(李衍文等主编),68元 ㉔ 英汉化学化工词汇(四版)(科学出版社编),98元

注:本刊 2001年一、二期邮购信息仍有效。

邮购办法:

- ① 按书定价汇款,免邮费。挂号发书,保证安全,发票随书寄,汇款时注明所购书名。
- ② 汇款地点:邮编:300070 天津市和平区蛇口道同发里底商 11号 金卫医学书店,电话:(022)23522444
- ③ 银行汇款:户名:天津市和平区金卫医学书店,开户行:天津市商业银行建业支行 帐号:065201080054611