

2 073 874, $RSD=0.5\%$, 说明该方法重现性较好。

2.8 空白试验与供试品含量测定: 精密量取不含黄芩的阴性对照品, 按“供试品溶液的制备”项下操作, 精密吸取 $20\mu\text{L}$, 进样测定。结果表明: 阴性样品在黄芩苷出峰处无干扰峰, 流动相对也无干扰。

取 3 个批号的健儿消食口服液各 5 mL , 按“含量测定方法”依法操作, 结果见表 1

表 1 3 批供试品含量 (mg/mL)

供试品批号	峰面积	含量
991206	2073874	0.792
991207	2057392	0.787
991208	2051065	0.784

5 讨论

在本文所介绍的溶液的制备方法和色谱条件下, 健儿消食口服液中的黄芩苷峰分离完好, 辅料对主峰测定不干扰, 该方法具有样品前处理简单、灵敏度高、结果准确可靠的优点, 可作为健儿消食口服液的质量控制分析方法。

参考文献:

- [1] 中国药典 2000年版一部 [S].
- [2] 马丽, 冷爱晶. 黄芩在中成药制剂中含量测定方法研究进展 [J]. 时珍国药研究, 1998, 9(2): 182.
- [3] 郭晏华. 高效液相色谱法测定益气口服液 中黄芩苷含量 [J]. 时珍国药研究, 1999, 10(4): 317.

HPLC法测定头痛安冲剂中天麻素的含量

张永林, 鲍燕燕, 凌云, 乔晋琳, 李炳文*

(海军总医院药剂科, 北京 100037)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)07-0612-02

头痛是临床内科的常见病, 多发病, 西医治疗头痛主要是解热镇痛类药物, 但此类药有一定副作用, 因此我们研究了治疗头痛的中药制剂头痛安冲剂, 临床疗效良好, 并已获得海军制剂文号 (98)海制 FP01003号。本文利用 HPLC法测定头痛安冲剂中主药天麻中天麻素的含量, 具有方便快捷、快速准确的特点, 可作为该制剂的质量标准。

1 仪器和试剂

1.1 仪器: 美国 HP1090M 型高效液相色谱仪, 二阶阵列检测器, 300 系列微处理器; GX 型超声波清洗机。

1.2 试剂: 头痛安冲剂由本科配制, 主要含天麻、石决明、白僵蚕、川芎和红花等; 天麻素对照品由中国药品生物制品检定所提供, 甲醇为色谱纯, 冰醋酸为分析纯, 水为重蒸去离子水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: YMC-ODS ($6\text{ mm}\times 150\text{ mm}$, $5\mu\text{ m}$), 流动相: 甲醇-0.3%冰醋酸溶液 (8:92), 检测波长: 220 nm , 柱温: 40°C , 流速: 0.5 mL/min , 灵敏度 0.1 AUFS , 天麻素在此色谱条件下保留时间 $t_R=14.834\text{ min}$ 。

2.2 标准曲线: 精密称取天麻素对照品 5 mg , 置

10 mL 量瓶中, 加甲醇溶液并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液备用。精密吸取对照品溶液 $0.5\sim 2.5\mu\text{L}$, 注入 HPLC 仪, 绘制标准曲线, 得一接近通过原点的直线, 其回归方程为 $Y=2702.91X+21.309$, $r=0.9999$, 具有良好的线性关系。

2.3 回收率试验和精密度: 采用加样回收法, 精密称取已知含量的头痛安冲剂 10 g , 分别添加天麻素对照品, 按“样品含量测定”项下的方法进行, 结果平均回收率为 99.92% , $RSD=2.19\%$ ($n=5$)。

2.4 精密度试验: 精密称取样品 5 份, 按“样品含量测定”项下的方法进行测定, 考察方法的精密度, 为 $RSD=0.65\%$ 。

2.5 样品含量测定: 精密称取头痛安样品 10 g , 置 50 mL 具塞三角瓶中, 加入甲醇超声提取两次各 30 min , 合并提取液, 经微孔滤膜过滤后, 取 $10\mu\text{L}$ 注入 HPLC 仪分析, 依法测定峰面积, 代入回归方程计算其含量, 结果见表 1。

表 1 头痛安冲剂的含量测定结果 ($n=3$)

批号	含量 (mg/g)	平均值 (mg/g)	RSD (%)
970317	0.5138		0.12
970416	0.5210	0.5156	0.23
970508	0.5120		0.14

3 讨论

3.1 天麻为君药,主要有效成分为天麻素,具有镇静和镇痛作用,因此选择测定天麻中的天麻素含量

3.2 在流动相的选择中,因天麻素为葡萄糖苷,极性大,选择以水为主的流动相有利于天麻素的分离。

山豆根在复方中化学成分变化的研究

崔健¹,耿惠²,刘淑杰³,陈新¹

(1. 长春中医学院,吉林 长春 130021; 2. 吉林省中医医院,吉林 长春 130021; 3. 白求恩医科大学制药厂,吉林 长春 130021)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)07-0613-02

山豆根为豆科植物越南槐 *Sophora tonkinensis* Gagnep. 的干燥根及根茎,具有清热解毒、消肿止痛、通便之功能,主要成分为氧化苦参碱^[1]、苦参碱。在含山豆根药材的中成药的复方制剂中^[2]只测定苦参碱含量,作者认为山豆根在复方中,与共存药物在制备过程中苦参碱、氧化苦参碱可能互有转变。本实验结果表明,山豆根饮片用水煎煮,氧化苦参碱含量降低,苦参碱含量增加;山豆根与丹参、木蝴蝶、黄柏、玄参等配伍,与水共煎煮,氧化苦参碱含量则随时间的延长而减少直至消失,苦参碱含量增加

1 实验部分

1.1 仪器 试剂 药品: CS-930型双波长薄层扫描仪,日本岛津;定量毛细管;硅胶 G,中国青岛海洋化工有限公司。试剂及试药均为分析纯。对照品:苦参碱、氧化苦参碱,中国药品生物制品检定所。

药材饮片:山豆根 *Sophora tonkinensis* Gagnep. 的干燥根及根茎;丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge. 的干燥根及根茎;木蝴蝶 *Oroxylum indicum* (L.) Vent. 的干燥成熟种子;黄柏 *Phellodendron chinese* Schneid. 的干燥树皮;玄参 *Scrophularia ningpoensis* Hemsl. 的干燥根,长春中医学院刘琦教授鉴定。

1.2 薄层扫描条件

1.2.1 苦参碱测定:硅胶 G薄层板,甲苯-丁酮-2-异丙醇-浓氨水(20:20:3:1)展距 8 cm;改良碘化铋钾显色; $\lambda_s=510$ nm, $\lambda_R=650$ nm,锯齿扫描,外标两点法;苦参碱对照液(甲醇)浓度 0.48 mg/mL。

1.2.2 氧化苦参碱测定:展开剂:氯仿-甲醇-浓氨水(10:1:0.5),氧化苦参碱对照液(甲醇)浓度 0.56 mg/mL 其余条件同上。

1.3 山豆根水煎煮提取对生物碱含量的影响

1.3.1 供试液 A 取山豆根粉末(过 60目筛)0.3

g,精密称定,置索氏提取器中,甲醇 100 mL 连续回流提取至无色,回收溶剂至干,用甲醇定容于 10 mL 量瓶中,备用。

供试液 B 取山豆根粉末(过 60目筛)1 g,精密称定,加入 50 倍量蒸馏水煎煮 60 min,离心沉降,吸取离心液于 50 mL 量瓶中,残渣用水煎煮 2 次(40 倍量水,40 min;30 倍量水,30 min)分别离心,合并离心液于上述量瓶中加水至刻度,混匀。精密吸取离心液 40 mL,水浴蒸干,残渣用 50% 乙醇转溶于 5 mL 量瓶,稀释至刻度,备用。

1.3.2 测定及结果:苦参碱:吸取供试液 A 10 μ L,供试液 B 2 μ L,苦参碱对照液 1,3 μ L,点于同一块硅胶 G 薄层板上,按 1.2.1 项条件进行薄层分离及扫描测定,计算结果见表 1。

氧化苦参碱:吸取供试液 A 15 μ L,供试液 B 10 μ L,氧化苦参碱对照液 1,3 μ L,点于同一硅胶 G 薄层板上,按 1.2.2 项条件进行薄层分析及扫描测定,计算结果见表 1。

表 1 水煎煮对生物碱的影响

样品	苦参碱			氧化苦参碱		
	\bar{x} (mg/g)	RSD (%)	增减 [*] (%)	\bar{x} (mg/g)	RSD (%)	增减 [*] (%)
供试液 A	1.8	1.89	11.11	1.1	2.34	54.55
供试液 B	2.0	2.623		0.5	2.98	

注: $n=3$ * 指同供试液 A 比较,供试液 B 的增减值由 $(B-A) \times A^{-1} \times 100\%$ 算得^[3]

1.4 山豆根与丹参、木蝴蝶等配伍对生物碱含量的影响:由山豆根、丹参、木蝴蝶、黄柏组成的复方,未检出氧化苦参碱。拆方为山豆根、丹参;山豆根、木蝴蝶;山豆根、黄柏等若干小方,按下述方法制备供试液,做薄层色谱鉴别。

称取相当于处方量的上述处方群药及各拆方对