

较高,而山东嘉祥、山东济宁、山西襄汾所产地黄中梓醇含量较低。

### 3 讨论

3.1 显色剂曾选择碘蒸气,但碘显色需较长时间(30 min),且显色斑点荧光易消退。选用硫酸-乙醇 90℃烘 10 min 显色,显色斑点荧光于  $\lambda_{\max} = 413 \text{ nm}$  处扫描无干扰。

3.2 河南产怀地黄中梓醇含量较高,山东嘉祥产地黄中梓醇含量较低,说明道地药材有其一定的物质

基础;山东嘉祥产地黄为 1998 年栽培品,梓醇含量较低可能是药农在烘制过程中温度过高<sup>[2,3]</sup>,梓醇受热破坏所致。

### 参考文献:

- [1] 张玲,徐新刚,时延增,等. 双波长薄层扫描法测定生地及熟地中梓醇的含量[J]. 中草药, 1998, 29(5): 308-310.
- [2] 郝武常,朱宇红,朱志峰,等. 炮制对地黄中梓醇含量的影响[J]. 中国中药杂志, 1997, 22(6): 345-346.
- [3] 王宏洁,边宝林,杨健,等. 地黄中梓醇变化条件的探讨[J]. 中国中药杂志, 1997, 22(7): 408-409.

## RP-HPLC法测定满山红叶及其制剂中杜鹃素含量

李辉<sup>1</sup>, 罗中枢<sup>2</sup>, 牛锋<sup>1</sup>, 陈发奎<sup>1</sup>

(1. 沈阳药科大学, 辽宁 沈阳 110016 2. 黑龙江省伊春市卫生防疫站, 黑龙江 伊春 153000)

**摘要:** 目的 建立 RP-HPLC 测定满山红叶及其制剂芩暴红胶囊中杜鹃素含量的方法。方法 固定相为 Shim-Pack VP-ODS 反相柱; 流动相为甲醇-水 (65.5: 34.5); 检测波长 296 nm。结果 该方法的线性范围为 0.1~2.0  $\mu\text{g}$ ,  $r = 0.9991$ ; 平均回收率为 96.60%,  $RSD = 1.07\%$  ( $n = 5$ )。结论 本法简便、准确、灵敏度高, 重现性好, 可用于该药材及其制剂中该成分的含量测定。

**关键词:** 满山红叶; 芩暴红胶囊; 杜鹃素; RP-HPLC

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)01-0128-02

## Determination of farrerol in leaves of *Rhododendron dauricum* and its preparation QINBAOHONG CAPSULE by RP-HPLC

LI Hui<sup>1</sup>, LUO Zhong-shu<sup>2</sup>, NIU Feng<sup>1</sup>, CHEN Fa-ku<sup>1</sup>

(1. Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang Liaoning 110016, China; 2. Heilongjiang Province Yichun Health and Epidemic Prevention Station, Yichun Heilongjiang 153000, China)

**Key words** leaves of *Rhododendron dauricum* L.; QINBAOHONG CAPSULE; farrerol; RP-HPLC

满山红叶为杜鹃花科植物兴安杜鹃 *Rhododendron dauricum* L. 的干燥叶。气芳香特异, 味较苦、微辛。杜鹃素(异名法尔杜鹃素)为其有效成分之一, 具有止咳、祛痰之功效, 用于急、慢性支气管炎。本文建立了用高效液相色谱法测定满山红叶及芩暴红胶囊中杜鹃素的含量的方法。

### 1 仪器、试剂与样品

1.1 仪器: 岛津高效液相色谱仪, LC-ATVP 泵, SPD-M10AVP 检测器

1.2 试剂与样品: 杜鹃素对照品购于中国药品生物制品检定所, 经测定, 纯度为 99.33%; 甲醇为色谱纯; 满山红叶及芩暴红胶囊(批号: 990303 001002) 由黑龙江省伊春药业有限公司提供

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Shim-Pack VP-ODS 反相柱 (5  $\mu\text{m}$ , 150 mm  $\times$  4.6 mm); 流动相: 甲醇-水 (65.5: 34.5); 流速 1.0 mL/min; 进样量 20  $\mu\text{L}$ ; 检测波长 296 nm; 灵敏度 0.1 AUFS; 理论塔板数以杜鹃素峰计不低于 2500

### 2.2 供试品溶液的制备

2.2.1 药材供试品溶液的制备: 取满山红叶粉末 2.5 g, 精密称定, 置烧瓶中, 加乙醚水浴回流提取 3 次 (50 mL 1 h; 50 mL 1 h; 50 mL 40 min), 滤过, 残渣用乙醚洗涤 2 次, 每次 20 mL, 合并乙醚液, 挥发至无醚味, 残渣用甲醇溶解并转移至 25 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 即得药材供试品溶液。

2.2.2 制剂供试品溶液的制备:取芩暴红胶囊内容物 5.0 g,按药材供试品溶液的制备方法,将残渣用甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,得制剂供试品溶液。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取杜鹃素对照品适量,加甲醇溶解,制成每 1 mL 含有 0.2 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.4 标准曲线的制备:精密量取杜鹃素对照品溶液 1, 2, 3, 6, 7, 9 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度。按上述色谱条件进行分析,每次进样 20  $\mu$  L,以峰面积 ( $Y$ ) 为纵坐标,样品浓度 ( $X$ ) 为横坐标,绘制标准曲线,得线性回归方程为  $Y = 3.55 \times 10^7 X + 1.4 \times 10^5$ ,  $r = 0.9991$ , 杜鹃素在 0.1~2.0  $\mu$ g 范围内呈现良好线性关系。

2.5 精密度实验:按上述色谱条件,用上述药材供试品溶液进样 5 次,每次 20  $\mu$  L,分别测得各次的峰面积,  $RSD$  为 0.77%。

2.6 回收率测定:精密称取已知杜鹃素含量的满山红叶 5 份,分别准确加入杜鹃素 0.10 mg,依上述色谱条件测定,计算加样回收率,测得杜鹃素平均回收率为 96.6%,  $RSD = 1.0\%$  ( $n = 5$ )。

2.7 样品含量测定:精密吸取药材供试品溶液和制剂供试品溶液,分别注入色谱仪,每次 20  $\mu$  L,记录峰面积,根据峰面积值,计算出药材供试品溶液和制剂供试品溶液中杜鹃素的含量。见表 1。

表 1 满山红叶及芩暴红胶囊中杜鹃素的含量

品名	含量
满山红叶	0.0547 mg/g
芩暴红胶囊 (990303)	0.0014 mg/粒
芩暴红胶囊 (001002)	0.0004 mg/粒

### 3 讨论

在实验中,曾选用乙醇超声提取和乙醇回流提取处理样品,但杂质干扰大,特征峰不明显。而用乙醇回流提取后,提取液挥干无醇味,残渣用乙醚溶解,其余操作同上实验,所测得的峰面积值低于实验中所用方法的测得值。由于乙醚的沸点低,不适于超声处理。故采取乙醚回流提取法。

本法测定满山红叶和芩暴红胶囊中杜鹃素的含量,有效成分峰 ( $t_R = 8 \sim 9$  min) 与其相邻峰分离较好,药材及其制剂中的其它成分对测定基本不形成干扰。本方法简便、准确、重现性好,可作为该制剂中杜鹃素含量测定的方法。

## 前列腺炎冲剂质量标准的研究

王艳萍,赵文萃,孟庆彪,谢华通

(中国人民解放军第 208 医院,吉林 长春 130062)

**摘要:**目的 建立前列腺炎冲剂的质量标准。方法 采用 TLC 法对方中黄柏、赤芍进行定性鉴别;用 HPLC 法测定盐酸小檗碱的含量。结果 在 TLC 法中均能检出黄柏和赤芍。盐酸小檗碱在 0.06~0.3  $\mu$ g 范围内有良好的线性关系。平均回收率为 100.2%,  $RSD$  为 2.0%。结论 所建立的方法简单、准确、可靠,可作为控制该制剂的质量标准。

**关键词:**前列腺炎冲剂;盐酸小檗碱;芍药苷;TLC;HPLC

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)01-0129-03

### Studies on quality standard of PROSTATITIS GRANULE

WANG Yan-ping, ZHAO Wen-cui, MENG Qing-biao, XIE Hua-tong

(208 Hospital of Chinese People's Liberation Army, Changchun, Jilin 130062, China)

**Key words:** PROSTATITIS GRANULE; berberine hydrochloride; paeoniflorin; TLC; HPLC

前列腺炎冲剂是由王不留行、黄柏、赤芍、薏米、茯苓、小茴香、赤小豆 7 味中药制成的复方制剂,是在前列腺炎丸的基础上进行剂型改进制得,具有祛瘀活血、清热利水之功效。我院临床观察治疗慢性前

列腺炎患者 338 例,其中显效率 64.8%,有效率 31.3%,总有效率为 96.1%。为了有效地控制本品的质量,采用 HPLC 法对方中黄柏中的盐酸小檗碱进行含量测定,并对黄柏、赤芍进行了 TLC 鉴别,结果