瑞安草原生态基地鲁彬森总工程师提供及鉴定。

1.2 药品: 黄芪甲苷、芦丁对照品均购自中国药品生物制品检定所。

**2** 方法

2.1 黄芪甲苷的测定: 按杜 等[7] 方法进行(HPLC-ELS 法)。

2.2 总黄酮的测定: 按比色法[8] 进行。

2.3 总多糖的测定: 按杜 等[9] 方法进行(硫酸-苯酚法)。

**3** 结果与讨论

3.1 栽培和野生黄芪有效成分含量的比较: 以黑龙江佳木斯产膜荚黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. 为例, 比较了栽培种和野生种中有效成分的含量。表 1 提示, 野生膜荚黄芪中除了黄芪甲苷含量略低于栽培种以外, 总黄酮和总多糖含量高于栽培种中的含量, 说明野生种总体化学品质优于栽培种, 这与它们的生长环境有明显的关系。

表 **1** 栽培和野生黄芪中有效成分含量的比较(**mg/g**)

| 品种 | 生境条件 | 黄芪甲苷 | 总黄酮 | 总多糖 |
|---|---|---|---|---|
| 膜荚黄芪 | 黑龙江佳木斯栽培(3 年) | 2.635±0.044 | 3.008±0.124 | 46.933±7.910 |
| 黄芪 | 黑龙江佳木斯野生(3 年) | 1.394±0.188 | 4.339±0.049 | 67.933±4.990 |

3.2 不同产地栽培黄芪有效成分含量的比较: 表 2 比较了 3 个地区栽培黄芪(3 年) 中有效成分的含量, 结果提示, 3 个地区栽培膜荚黄芪的总体化学品质相差不多, 上海崇明栽培种多糖含量高一些, 山西浑远栽培种总黄酮含量高一些, 而黑龙江佳木斯栽培种黄芪甲苷含量高一些。山西浑远和黑龙江佳木斯栽培种已在中药材市场上有大宗货源, 而上海崇明产黄芪, 虽然有效成分含量不低于山西和黑龙江种, 但由于外形欠佳, 因而销路不好, 已停止种植。

表 **2** 不同产地栽培黄芪中有效成分含量的比较(**mg/g**)

| 品种 | 生境条件 | 黄芪甲苷 | 总黄酮 | 总多糖 |
|---|---|---|---|---|
| 膜荚黄芪 | 上海崇明 | 1.720±0.032 | 5.194±0.158 | 67.800±7.034 |
| | 山西浑远 | 1.318±0.050 | 5.512±0.232 | 44.133±1.405 |
| | 黑龙江佳木斯 | 2.635±0.044 | 3.008±0.124 | 46.933±7.910 |

3.3 不同生境栽培黄芪有效成分含量的比较: 见表 3。对栽培于内蒙古坤兑滩乡水、旱地两种不同条件下的蒙古黄芪有效成分含量的比较发现, 在当地自然条件下, 3 年栽培种中, 黄芪甲苷含量高于 2 年种, 旱地栽培种有效成分含量高于水地种, 这可能由黄芪的遗传属性所决定。

表 **3** 水地、旱地栽培黄芪中有效成分含量的比较(**mg/g**)

| 品种 | 生境条件 | 栽培年限 | 黄芪甲苷 | 总黄酮 | 总多糖 |
|---|---|---|---|---|---|
| 蒙古黄芪 | 内蒙古坤兑滩乡 | 2 | 0.408±0.030 | 2.762±0.114 | 29.600±2.008 |
| | 水地 | 3 | 0.492±0.180 | 3.060±0.180 | 11.933±1.528 |
| | 内蒙古坤兑滩乡 | 2 | 0.386±0.016 | 3.988±0.266 | 16.067±2.248 |
| | 旱地 | 3 | 1.069±0.062 | 2.901±0.269 | 77.333±7.572 |

参考文献:


[1] 中国药典[S]. 2000 年版. 一部.

[2] 张银娣, 尤丽芬, 徐勤娥, 等. 黄芪甲苷升高白细胞及抗应激作用[J]. 南京医学院学报, 1992, 12(3): 244.

[3] 尤丽芬, 陈钟英. 黄芪的免疫及抗病毒作用机理[J]. 江苏医药, 1992, 18(1): 52.

[4] 张银娣, 王幼林, 沈建平, 等. 黄芪皂苷甲的抗炎和降压作用[J]. 药学学报, 1984, 19(5): 333.

[5] 英明中, 李小鹰, 孙存普, 等. 黄芪总黄酮对大鼠心肌缺血——再灌注自由基的影响[J]. 中国中药杂志, 1996, 21(5): 304.

[6] 李先荣, 康 永, 程 霞, 等. 注射用黄芪多糖药理作用的研究 4. 对心血管系统药理作用[J]. 中成药, 1989, 11(11): 33.

[7] 杜 , 吴晓俊, 刘 涤, 等. 黄芪甲苷提取及测定方法的研究[J]. 中国药学杂志, 2000, 35(增刊), 71-73.

[8] 沙世炎, 徐礼 , 严敏如, 等. 中草药有效成分分析法(上册)[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1982.

[9] 杜 , 吴晓俊, 刘 涤, 等. 黄芪化学质量标准的初步研究[J]. 中成药, 2001, 23(10): 745.


# 女洗宝洗液质量标准的研究


赵志军, 韩桂茹*

(河北省药品检验所, 河北 石家庄 050011)



摘 要: 目的 研究女洗宝洗液的质量控制标准。方法 采用薄层色谱法对制剂中的当归、苦参、北豆根进行定性鉴别, 并用薄层扫描法对制剂中的主药苦参进行含量测定。结果 线性范围 0.584～2.922 μg, 平均回收率为 99.90%, *RSD* 为 2.64%。结论 该法灵敏、简便、准确和重现性好, 可作为该制剂的质量控制标准。



关键词: 女洗宝洗液; 质量标准; 薄层色谱法; 氧化苦参碱

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)04-0315-03



* 收稿日期: 2001-08-14

# Studies on standard for quality control of NÜ XIBAO LIQUID*

ZHAO Zhi-jun, HAN Gui-ru
(Hebei Institute for Drug Control, Shijiazhuang Hebei 050011, China)

**Key words**: NÜ XIBAO LIQUID; quality control standard; TLC; oxymatrine.

* NÜXIBAO LIQUID is a Chinese herbal preparation in the treatment of gynecological surgical infection.

女洗宝洗液为妇科外用药, 由苦参、北豆根、丹参、当归等 7 味药组成, 对妇女外阴湿疹、瘙痒、外阴炎、霉菌性阴道炎、滴虫性阴道炎均有治疗和预防作用。为了控制该产品的质量, 保证临床用药效果, 本实验对女洗宝洗液的质量标准进行了研究[1,2]。

## 1 仪器与材料

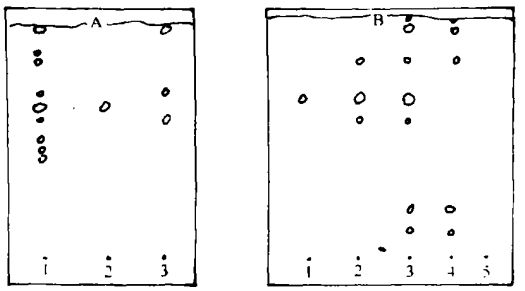
CS-930 双波长薄层扫描仪(日本岛津), 定量毛细管(Drummond Scientific CO., USA)

薄层层析用硅胶 G(青岛海洋化工厂生产); 女洗宝洗液(唐山吉祥药业有限责任公司)。氧化苦参碱、阿魏酸对照品由中国药品生物制品检定所提供。苦参、北豆根药材购自河北省药材公司, 经本所孙宝惠副主任药师鉴定; 试验所用试剂均为分析纯。

## 2 定性鉴别

2.1 当归的鉴别: 取女洗宝洗液 50 mL, 加稀盐酸调 pH 至 2～3, 置分液漏斗中, 用乙醚萃取 3 次, 每次 25 mL, 合并乙醚液, 加 2% 碳酸钠溶液, 萃取 2 次, 每次 20 mL, 弃去乙醚液。碱液再用醋酸乙酯 25 mL 洗涤, 弃去洗涤液。碱液再用稀盐酸调 pH 值至 2～3, 用乙醚萃取 3 次, 每次 20 mL, 合并乙醚液, 挥去乙醚, 残留物加甲醇 1 mL 溶解, 作为供试品溶液。取阿魏酸对照品, 加甲醇制成每毫升含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取上述两种溶液各 2 μL, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以苯-醋酸乙酯-甲酸(4∶2∶0.2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 1% 三氯化铁乙醇液-1% 铁氰化钾(1∶1) 混合液。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点(图 1-A)。

2.2 苦参及北豆根的鉴别: 分别取苦参与北豆根药材, 粉碎, 过 40 目筛, 各称取 0.3 g, 分别置具塞锥形瓶中, 各加盐酸-甲醇(1∶100) 溶液 10 mL, 超声 30 min, 过滤, 分别作为苦参对照药材溶液和北豆根对照药材溶液。分别吸取含量测定项下供试品溶液与上述两种对照药材溶液各 5 μL, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-甲醇-浓氨试液(4∶1∶0.1) 为展开剂, 预饱和 15～30 min 后, 展开, 取出, 晾干, 喷稀碘化铋钾试液至显色清晰。供试品色谱中, 与苦参对照药材色谱相应的位置上显相同颜色的 2 个斑点; 与北豆根对照药材色谱相应的位置上显相同的主斑点(图 1-B)。




1-供试品
2-阿魏酸对照品
3-阴性对照
A-当归

1-盐酸麻黄碱
2-苦参对照药材
3-供试品
4-北豆根对照药材
5-阴性对照
B-苦参、北豆根

图 1 当归、苦参、北豆根及供试品的 TLC 图谱

## 3 含量测定

3.1 薄层层析及薄层扫描条件: 吸附剂: 羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板。展开剂: 氯仿-甲醇-浓氨试液(4∶1∶0.1), 预饱和 15～30 min 后上行展开。显色剂: 稀碘化铋钾试液至显色均匀清晰。单波长锯齿扫描, 测定波长为 510 nm, 狭缝 1.2 mm × 1.2 mm, $S_x$ = 3, 灵敏度中等。

3.2 对照品溶液及样品溶液的制备: 取已在干燥器中保存 24 h 的氧化苦参碱对照品适量, 精密称定, 加盐酸-甲醇(1∶100) 液制成每毫升含 0.5 mg 的溶液作为对照品溶液。

取女洗宝洗液 2 瓶, 分别倾取上清液, 混合, 精密吸取 25 mL 于蒸发皿中, 水浴蒸发近干, 迅速用盐酸-甲醇(1∶100) 液, 少量多次, 溶解并定量转移溶解部分于 10 mL 容量瓶中, 用盐酸-甲醇(1∶100) 液稀释至刻度, 作为供试品溶液。

3.3 线性关系: 用定量毛细管吸取上述对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 μL 点于同一硅胶 G 薄层板上, 按拟定条件进行测定, 以对照品量为横坐标, 以斑点峰面积值为纵坐标绘制标准曲线, 求得氧化苦参碱回归方程

为 $Y$= 36 903.9 $X$ + 5 392.5, $r$= 0.999 8。结果表明氧化苦参碱在 0.584～2.922 μg 之间点样量与峰面积积分值线性关系良好。

3.4 稳定性试验: 取氧化苦参碱对照品溶液与样品溶液各 4 μL, 交叉点于同一块薄层板上, 展开、显色后, 分别于 0, 30, 60, 90, 120 min 进行扫描测定, 测定的对照品峰面积 $RSD$ 为 0.73% ($n$= 5); 样品峰面积 $RSD$ 为 1.91% ($n$= 5)。结果表明在 2 h 内, 对照品及样品基本稳定。

3.5 同板精密度试验: 分别吸取 5 个相同浓度的对照品与样品溶液分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述条件展开, 显色, 扫描测定。结果对照品斑点峰面积值的 $RSD$ = 2.17%, 样品斑点峰面积值的 $RSD$= 1.72%。

3.6 异板精密度试验: 在不同薄层板上交叉点氧化苦参碱对照品溶液(2 μL 与 4 μL) 与供试品溶液(4 μL) 数点, 按上述条件展开, 显色, 扫描测定, 计算含量, 测定了 5 块板上的同一样品的含量, 其平均值为 0.070 6 mg/mL, $RSD$ 为 0.579%。

3.7 重现性试验: 取同一批样品 5 份, 按拟定条件测定, 其平均值为 0.161 5 mg/mL, $RSD$ 为 2.61%。说明方法的重现性良好。

3.8 回收率试验: 采用加样回收试验, 5 次测定的平均回收率为 99.90%, $RSD$ 为 2.64%。

3.9 样品含量测定: 分别精密吸取上述对照品溶液 2, 4 μL, 供试品溶液 2～4 μL, 交叉点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 依法测定 5 批样品, 测定结果见表 1。

表 **1** 女洗宝洗液的含量测定结果

| 批 号 | 氧化苦参碱含量(mg/mL) |
|---|---|
| 200316 | 0.161 5 |
| 200314 | 0.142 7 |
| 200315 | 0.266 5 |
| 200308 | 0.155 1 |
| 200306 | 0.247 8 |

## 4 讨论

4.1 对女洗宝洗液中生物碱的提取, 曾先进行碱化, 再用有机溶剂萃取, 发现乳化现象严重, 回收率不好。经过各种试验尝试, 采用了将样品蒸发近干, 残留物未变干硬时, 迅速用盐酸-甲醇(1∶100) 溶液少量多次, 边搅拌研磨, 边将溶解部分倾取出来的办法。

4.2 对样品与对照品扫描图谱一致, 均在 510 nm 处有最大吸收, 单波长及双波长锯齿扫描图一致, 背景均无干扰, 为了节约时间, 提高效率, 采用了单波长锯齿扫描。

4.3 本研究中采用碱性展开剂, 排除了非生物碱成分的干扰, 方法简单快捷, 重现性好, 精密度高, 为液体制剂中生物碱测定的一种理想方法。

参考文献:

[1] 郑虎占, 董泽宏, 余 靖. 中药现代研究与应用(第三卷) [M]. 北京: 学苑出版社, 1998.

[2] 中国药典[S]. 2000 年版. 一部.

# RP-HPLC 法测定五子衍宗丸中五味子甲素、五味子乙素含量

郭怡飚, 胡晓炜, 倪美文*

(杭州市药品检验所, 浙江 杭州 310014)

五子衍宗丸为常用中成药, 是《中华人民共和国药典》2000 年版一部的收载品种, 由车前子、枸杞子、菟丝子、覆盆子、五味子组成, 具有补肾益精的功效。五味子为方中重要药味, 其中五味子甲素、五味子乙素为重要有效成分。药典仅确定了五味子甲素的 TLC 定性鉴别方法, 而定量分析方法未见报道。本文以五味子甲素、五味子乙素为指标成分, 建立了五子衍宗丸中五味子甲素、五味子乙素的 HPLC 测定法, 为该中成药的质量控制提供了评价方法。

## 1 仪器与材料

Agilent 1100 高效液相色谱仪, UPPER 色谱工作站, 五味子甲素、五味子乙素对照品由中国药品生物制品检定所提供, 乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 正己烷、醋酸为分析纯, 五子衍宗丸由杭州胡庆余堂制药厂提供。

## 2 方法与结果

2.1 实验色谱条件: 色谱柱: Hypersil $C_{18}$ 柱 (4.6 mm × 200 mm, 5 μm), 柱温: 室温(15 ℃), 流

* 收稿日期: 2001-06-11