

0.2~0.3 mm,室温晾干,105℃活化 30 min,置干燥器中备用,苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-氨水(6:3:1.5:1.5:0.5)为展开剂,置氨蒸汽饱和的层析缸中展开。扫描条件:光源 Hg 灯,K400滤光片,波长 365 nm

2 结果

2.1 干扰试验:取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液点于同一块硅胶 G 板,按层析条件展开,取晾干,在 365 nm 波长处扫描。阴性对照在对照品位置上无吸收,表明无干扰。

2.2 标准曲线制备:精密称取已用 P_2O_5 干燥的盐酸小檗碱对照品,用甲醇配制成 0.1 mg/mL 的盐酸小檗碱溶液,分别吸取 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0 μ L,以斑点面积积分值为纵坐标,供试品浓度为横坐标,绘制标准曲线。回归方程为 $Y=26.58X+1670.04$, $r=0.9999$ 在 0.05~0.5 μ g 范围内呈良好的线性关系。

2.3 稳定性试验:取盐酸小檗碱对照品溶液(0.3 mg/mL),分别取 1 μ L 点于同一薄层板共 8 点,测定斑点积分面积值,隔 3 h 测定 1 次,结果 $RSD=1.42\%$ 。

2.4 精密度试验:取盐酸小檗碱对照品溶液(0.3 mg/mL),分别取 1 μ L 点于同一薄层板共 10 点,测定斑点积分面积值,其 $RSD=2.5\%$ 。

2.5 重现性试验:精密称取同一批样品 5 份各约 0.2 g,按含量测定方法测定盐酸小檗碱含量, RSD 为 1.03%,说明该方法重现性良好。

2.6 加样回收试验:精密称取已知含量的供试样品约 0.1 g,共 5 份,精密加入盐酸小檗碱 0.2 mg,按含量测定方法进行测定,计算回收率为 97.0%, RSD 为 1.88%。

2.7 样品含量测定:取本品 5 粒,研磨、混匀,取约 0.2 g,按样品溶液的制备方法制备。将样品溶液、对照品溶液及阴性对照液适量点于同一薄层板上,按薄层层析条件展开,测定盐酸小檗碱的含量,结果见表 1。

表 1 前列安栓中盐酸小檗碱含量测定结果($n=4$)

批号	盐酸小檗碱(mg/粒)	$RSD(\%)$
000927	23.5	3.20
000928	24.7	3.45
000929	26.1	3.08

3 讨论

前列安栓由黄柏、大黄、虎杖等 10 味中药组成,成分复杂,且栓剂辅料易影响有效成分的提取、分离。通过甲醇提取、碱性氧化铝柱处理,可消除其它成分干扰,保证有效成分提取完全。通过薄层扫描法测定前列安栓中盐酸小檗碱含量的方法简便、重现性好,为前列安栓质量控制提供了有效方法。

灯盏花滴丸含量测定研究

何永志¹,刘新元^{2*}

(1. 天津中医学院,天津 300193; 2. 天津市蓝恒医药化工技术研究所,天津 300204)

灯盏花滴丸是灯盏细辛经加工制成的滴丸剂,为部颁标准灯盏花颗粒改变剂型而得,用于脑血管意外恢复期及冠心病、心绞痛。灯盏花滴丸主要有效成分为灯盏花乙素,本实验对灯盏花乙素的含量进行了研究。

1 仪器与色谱条件

美国 Spectra-Physics 液相色谱仪(SP8810 色谱泵, Spectra 100 紫外检测器, Anastar 电脑积分仪);色谱柱:250 mm $\times$ 4.6 mm 不锈钢柱,填料为十八烷基硅烷键合硅胶(5 μ m);流动相为甲醇-1%磷酸-异丙醇(44:56:2);流速:1.0 mL/min;检测

波长:335 nm

2 药品与试剂

灯盏花乙素对照品(自制,归一化法检查,含量在 98% 以上),灯盏花滴丸(自制,42 mg/粒),辅料为聚乙二醇 4000,甲醇为色谱纯,水为纯净水。

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的配制:精密称取灯盏花乙素对照品 40.0 mg,置于 10 mL 量瓶中,加甲醇 2 mL,水浴加热使溶解,放冷,加甲醇至刻度,摇匀,精密量取此液 1.0 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,

(下转第 542 页)

表 2 G-Rb对 AMI大鼠全血及血浆粘度的影响 ($\bar{x}\pm s$, $n= 8$)

组 别	剂量 (mg /kg)	全 血 粘 度			血浆粘度
		10 s ^{- 1}	60 s ^{- 1}	150 s ^{- 1}	120 s ^{- 1}
空白对照	—	12.30± 2.58	5.21± 1.12	4.13± 0.85	1.68± 0.35
模型对照	—	16.65± 4.51 [△]	6.75± 2.11	5.85± 1.12 ^{△△}	2.59± 0.78 ^{△△}
G-Rb	50	15.24± 5.12	5.95± 2.20	4.87± 2.15	2.28± 0.65
	100	12.35± 2.14 [‡]	5.51± 1.76	4.36± 1.35 [‡]	1.89± 0.52 [‡]
	200	12.3± 2.05 [§]	5.08± 0.82 [§]	4.10± 1.05 ^{§*}	1.76± 0.65 [§]

与空白对照组比: [△] $P<0.05$ ^{△△} $P<0.01$; 与模型对照组比: ^{*} $P<0.05$ ^{**} $P<0.01$

可能也是 G-Rb 保护缺血心肌的机制之一。

全血粘度是反映血液流动性和粘滞性的重要指标,影响血液粘度的因素很多,其中影响最大的是血液中的红细胞。AMI时,血液流变学出现明显异常,表现为全血粘度升高,红细胞压积上升,血浆粘度及血浆纤维蛋白原浓度增加,红细胞聚集性增强,变形能力下降。本研究结果表明,G-Rb能使AMI大鼠24 h后的全血低切、中切、高切粘度及血浆粘度均明显降低,可减轻微循环血流瘀滞,增加组织血流量,这对于降低急性心肌缺血所致的高粘血症,改善缺血区供血具有重要意义。综上所述,改善血液粘度作用亦可能是 G-Rb对大鼠急性心肌缺血产生保护作用的机制之一。

参考文献:

[1] 曾庆华,战 术,张文杰,等. 人参皂苷单体 Rb₁对豚鼠心肌细胞 I Ca²⁺ 电流阻滞作用的研究 [J]. 白求恩医科大学学报, 1997, 23(3): 265-267.

[2] 杨世杰,陈 霞,李 红,等. 西洋参茎叶皂苷单体 Rb₂对大鼠血流动力学及单钙通道活动的影响 [J]. 中国药理学通报, 1995, 11(1): 39-43.

[3] 钟国赣,孙成文,李云义,等. 人参二醇组皂苷 Rb₁, Rb₂, Rb₃, Rc和 Rd的钙通道阻滞作用和抗自由基作用 [J]. 中国药理学报, 1995, 16(3): 255-260.

[4] 覃秀川,睢大员,于晓风,等. 人参 Rb₁组皂苷对实验性心肌缺血的保护作用 [J]. 人参研究, 1998, 10(2): 32-35.

[5] 睢大员,陈满秋,于晓风,等. 人参 Rb₁组皂苷对犬实验性心肌梗死的保护作用 [J]. 中草药, 2001, 32(2): 136-139.

[6] 邓汉武,李元建,沈 乃,等. 辽东槐木总苷对大鼠实验性心肌缺血的保护作用 [J]. 中国药理学与毒理学杂志, 1988, 2(1): 20-24.

[7] 徐叔云. 药理实验方法学 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1982.

[8] 董立钧,武广华. 心血管疾病诊疗指南 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997.

(上接第 519页)

摇匀,作为对照品溶液。

3.2 供试品溶液的制备与测定:精密称取本品相当于灯盏花乙素约 40 mg,置于 10 mL量瓶中,加甲醇 2 mL,水浴上加热使溶解,放冷,加甲醇至刻度,摇匀,精密吸取 1.0 mL,置于 10 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

3.3 标准曲线的绘制:取对照品溶液 0.5, 1, 2, 5, 10 mL,置于 25 mL量瓶中,加甲醇至刻度,分别进样 10^μ L,测定峰面积,结果表明,灯盏花乙素浓度在 0.008~ 0.160 mg /mL的范围内呈良好的线性关系。标准曲线方程为 $Y= 263\ 760.9X+ 1\ 140.7$, $r= 0.999\ 9$ 。

3.4 稳定性试验:将对照品及供试品配成 0.4 mg /mL的溶液,在室温下,分别在 0, 1, 2, 4, 8 h测定样品,结果 $RSD<0.48\%$,表明此样在 8 h内稳定。

3.5 精密度试验:取对照品储备液,分别配制成 320, 400, 480^μ g /mL的 3种浓度的对照品溶液,依法测定峰面积,分别进样 6次, RSD 分别为 0.56%, 0.63%, 0.51%,结果证明此方法精密度良好。

3.6 重现性试验:按试验方法配制同一批灯盏花滴

丸 6份,依法测定峰面积,结果证明重现性良好,日内、日间 RSD 分别为 0.81%, 0.72%。

3.7 回收率试验:移取上述对照品溶液 2.0, 3.5, 5 mL,分别置于 25 mL量瓶中,加入处方量的辅料,加甲醇至刻度,摇匀,分别取 10^μ L进样,每个 5次,结果平均回收率为 99.4%, $RSD= 1.11\%$ 。

3.8 样品的含量测定:按上述方法测定灯盏花滴丸 3批样品的含量,结果见表 1。

表 1 灯盏花滴丸中灯盏花乙素的含量

批号	灯盏花乙素含量 (mg /g)
1	21.0
2	19.3
3	19.2

4 讨论

灯盏花制剂的含量一般采用分光光度法测定灯盏花素的含量,以芦丁为对照品测定总黄酮的含量,考虑到这些方法存在特异性差的特点,本实验采用 HPLC法测定滴丸灯盏花乙素的含量,结果表明该方法专属性强,线性良好,具有简便、准确的优点,可以作为质量控制的方法。