

0.4 mm×0.4 mm,扫描宽度:10 mm,扫描波长:
 $\lambda_s = 425 \text{ nm}$, $\lambda_r = 560 \text{ nm}$ 将所得数据计算后得回归
 方程为 $Y = 142.143.33X + 254.5$, ($r = 0.9999$),线
 性范围:0.15~0.75 μg

2.4 稳定性试验:取姜黄素对照品溶液 3 μL 点于
 薄层板上依法展开,分别在 0, 20, 40, 60, 90, 120
 min扫描测定,积分值的 $RSD = 1.7\%$,表明测定结
 果在 2 h 之内稳定。

2.5 精密度试验:在同一块薄板上,点 6 个 3 μL 的
 姜黄素对照品溶液的斑点,依法展开,扫描,结果面
 积积分值的 $RSD = 2.13\%$;对同一斑点连续扫描 5
 次,结果 $RSD = 1.8\%$;另取 5 块板如法试验,异板
 间面积积分值 $RSD = 2.55\%$ ($n = 5$).

2.6 回收率实验:按处方比例,配成不含姜黄素的
 空白样品,在其中精密加入姜黄素 0.4mg,进行测

定,平均回收率为 99.4%, $RSD = 2.02\%$ ($n = 5$).

2.7 样品含量测定:精密吸取对照品溶液和供试品
 液各 3 μL 和 10 μL 点样于高效硅胶板上,依法层
 析,扫描测定,按外标法进行计算,结果见表 1

表 1 金黄膏中姜黄素含量测定结果

批号	姜黄素含量 (mg/g)
990524	0.199 5
000610	0.189 4
000820	0.199 0
010615	0.198 3
011018	0.207 0
011101	0.199 0

3 讨论

3.1 因为可见光扫描所得的标准曲线在 Y 轴上截
 距很小,基本上为过原点直线,符合分析要求。

3.2 在线性范围内同一薄板上用外标法测定可减
 少展距和板的差别所带来的误差

复方丹参滴注液中丹参提取工艺的研究

李群力,蒋晓萌,洪小军*

(浙江尖峰药业有限公司,浙江 金华 321000)

复方丹参滴注液是由降香与丹参组成的复方制
 剂,临床用于冠心病、心绞痛、心肌梗死的治疗。本实
 验应用正交试验设计,以吸光度值和出膏率作为评
 价指标,对丹参水提工艺条件进行了优选

1 仪器与试剂

UV-265FW 型紫外分光光度计(日本岛津);野
 丹参药材,购于河南灵宝,经鉴定符合《中华人民共
 和国药典》2000年版一部的规定^[1]。

2 方法和结果

2.1 提取工艺要点:称取 1 000 g 整理过的野丹参
 适量,清洗干净,置适宜的容器中,加入纯净水,加热
 到规定温度,保持一定时间后,放出药液,药液另存
 放。反复 3 次。合并药液,置合适的蒸发器中,加热
 浓缩至规定体积,将该溶液加注射用水稀释至每 1
 mL 含丹参药材 1 mg,在 280 nm 处测 A 值,并计算
 出膏率。

2.2 正交试验设计方案:针对上述水提工艺中影响
 较大的 3 个因素:水提温度、水提时间、加水量进行
 考察。每个因素取 3 个水平,用 $L_9(3^3)$ 正交表安排实
 验,以吸光值 A 及出膏率为评价指标,见表 1~3

表 1 丹参水提工艺因素水平表

水 平	因 素		
	A 温度 (°C)	B 时间 (h)	C 加水量 (L)
1	80	2.0, 1.5, 1.5	16.0, 14.4, 12.8
2	90	2.5, 2.0, 2.0	14.4, 12.9, 11.5
3	100	1.5, 1.0, 1.0	12.8, 11.5, 10.2

表 2 正交实验设计

试 验 号	A	B	C	出膏率 (%)	A 值	综合评分
						($A \times 100 -$ 出膏率 $\times 10$)
1	1	1	1	5.2	0.409	- 11.1
2	1	2	2	5.7	0.384	- 18.6
3	1	3	3	5.1	0.376	- 13.4
4	2	1	2	5.2	0.466	- 5.4
5	2	2	3	5.6	0.512	- 4.8
6	2	3	1	5.4	0.445	- 9.5
7	3	1	3	6.5	0.687	3.7
8	3	2	1	6.7	0.703	3.3
9	3	3	2	5.4	0.607	6.7
K ₁	- 43.1	- 12.8	- 9.2			
K ₂	- 19.7	- 20.1	- 24.4			
K ₃	13.7	- 16.2	- 15.5			
R	56.8	7.3	33.6			

方差分析表明,因素 A, C 有显著差异,因素 B
 无差异,可任意选择,选择 B₃,最佳条件为 A₃B₃C₁,
 即加热温度为 100 °C,加热时间为第 1 次 1.5 h,第

* 收稿日期: 2001-01-24

2 第 3 次为 1 h,加纯净水的量为(以投料 1 次 1 000 g 丹参计)第一次 16.0 L,第二、第三次各为 14.4 L 12.8 L

表 3 方差分析表

方差来源	离均差平方和	自由度	均方	F 值
A	543.26	2	271.63	308.67
B	8.89	2	4.45	5.06
C	38.88	2	19.44	22.09
误差	1.75	2	0.88	

$F_{0.05}(2, 2) = 19.00$

3 讨论

3.1 水提次数,亦为一试验因素,但根据一般中药提取均采用 3 次,故本品水提工艺为水提 3 次。

3.2 丹参提取的基本操作要点为水提之后,再用不同的乙醇浓度将杂质沉淀除去(即水提醇沉法),然后精制,即通过水沉进一步提高丹参提取精制液的质量^[2]。

参考文献:

[1] 中国药典[S].2000年版.一部.

[2] 赵新先.中药注射剂[M].北京:人民卫生出版社,1998.

金芪降糖片中小檗碱的含量测定

窦志英¹,游强蓁²,牛瑞杰^{2*}

(1. 天津中医学院 中药系,天津 300193; 2 天津中药制药厂,天津 300232)

金芪降糖片是中药三类新药,由黄连、黄芪、金银花等组成,以清热益气,生津止渴为治疗原则,主要针对气阴两虚兼有内热症候的消渴病患者。方中黄连的主要成分为小檗碱,小檗碱既是清热又是降血糖的主要活性成分。故而,本实验制定测定金芪降糖片中小檗碱含量的方法,用于批量产品的定量分析和质量监控。

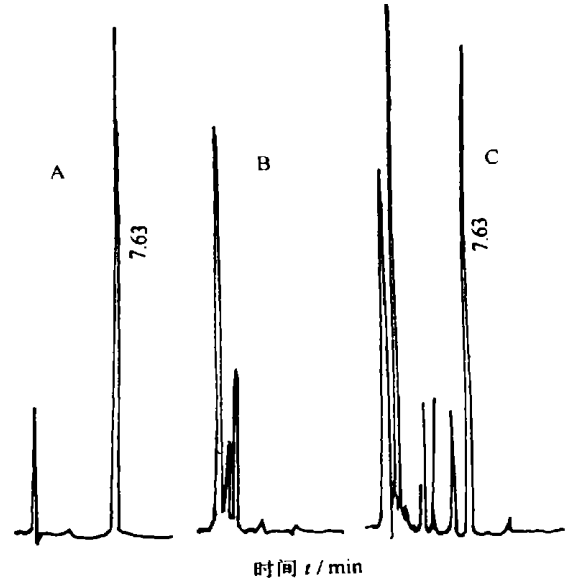
1 仪器与试剂

SP-8810 高效液相色谱仪, SP-4400 积分仪(美国光谱物理公司),乙腈(色谱纯),盐酸小檗碱(中国药品生物制品检定所提供),其它试剂为分析纯。金芪降糖片(批号 9910086, 9910088, 9911097, 9911098, 9911099)及空白样品(天津中药制药厂提供)。

2 方法与结果^[1-3]

2.1 色谱条件: 色谱柱: YMC-C₁₈柱(4.6 mm×150 mm, 10^μm),柱温: 室温,流动相: 0.05 mol/L 磷酸二氢钠缓冲液(磷酸调 pH 至 3±0.5)乙腈(7:3),流速为 1 mL/min,检测波长: 270 nm,进样量: 6 μL,色谱柱的理论板数按盐酸小檗碱计应大于 4 200 色谱图见图 1

2.2 线性关系考察: 精密称取盐酸小檗碱对照品 10 mg 置 50 mL 量瓶中,加 50% 乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。从上述溶液中依次精密吸取 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mL, 分别置于 50 mL 量瓶中,加 50% 乙醇稀释至刻度,摇匀,各吸取 6 μL 注入液相色谱仪,测得峰面积积分值。以对照品溶液浓度(C)对峰面积(A)绘制标准曲线,计算得回归方程为:



A-盐酸小檗碱对照品 B-空白对照品 C-供试品

图 1 HPLC 图谱

$A = 2.52 \times 10^4 + 5.27 \times 10^6 C, r = 0.9998$ 结果表明本实验条件下,盐酸小檗碱在 0.052~0.258 μg 范围内有良好的线性关系。

2.3 空白实验: 取除黄连以外的各原药材,按处方量制得片剂,照供试品溶液方法制备空白对照液,测定。结果表明,本试验条件下,在与盐酸小檗碱相对应的保留时间下,其它成分对本测定方法没有干扰。

2.4 精密度试验: 对于同一盐酸小檗碱对照品溶液(0.0258 mol/L),进样 5 次,测得峰面积积分值 $RSD = 0.28\%$ ($n = 5$)。