

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, 游强慕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。

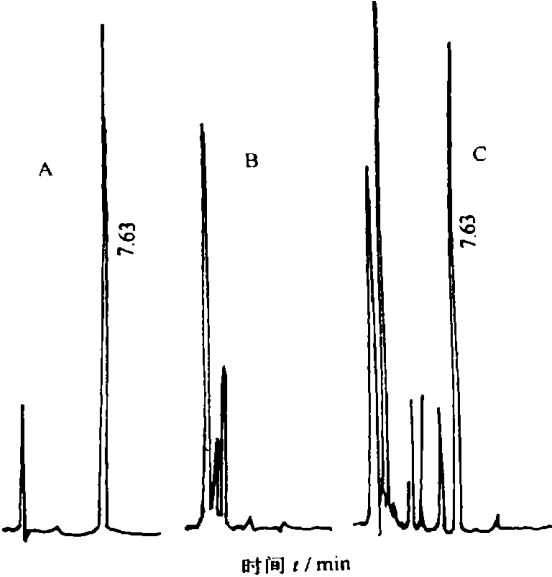
1 仪器与试剂

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: 去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(0.025 8 mol/L), 进样 5 次, 测得峰面积积分值 $RSD = 0.26\%(n = 5)$ 。

* 收稿日期: 2001-10-31

2.5 重现性试验: 对于同一批供试品, 分 5 次取样, 每次精密称取 50 mg, 测定小檗碱含量, $RSD=2.68\%$ ($n=5$)。

2.6 稳定性试验: 对于同一批供试品溶液, 按含量测定方法, 连续 5 次进样, 每次间隔 12 h, 测定小檗碱含量, $RSD=0.35\%$ ($n=5$)。

2.7 回收率试验: 采用加样回收法。对已知含量的 5 批供试品, 分别取样并相应添加盐酸小檗碱对照品测定, 计算回收率, 得其平均值为 99.48%, $RSD=0.81\%$ ($n=5$)。结果表明, 本品有良好的回收率。

2.8 供试品溶液的制备及测定: 取本品 20 片, 除去薄膜衣, 研细, 精密称取细粉约 50 mg, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 乙醇 25 mL, 超声处理 60 min, 放冷, 微孔滤膜过滤, 即得供试品溶液。分别吸取对照品及供试品液, 注入高效液相色谱仪, 测定峰面积积分值, 按外标法计算含量(见表 1)。

3 讨论

本实验采用高效液相色谱法, 对金芪降糖片中有效成分小檗碱进行了成功的定量分析。该方法精密度高、重现性好。提取方法以 50% 乙醇超声提取

60 min 为最佳。分别以乙腈-0.05 mol/L 磷酸二氢钠溶液($pH=3.0$) (3 : 7) 和乙腈-0.05 mol/L 磷酸二氢钠($pH=4.0$)-十二烷基磺酸钠溶液(45 : 55 : 0.2, mL/mL/g) 为流动相, 其分离效果无明显差异, 但前者的出峰时间较短。溶液的 pH 值越低, 小檗碱的出峰时间越短, 但 $pH=3.0$ 左右, 小檗碱与其它成分分离效果最佳。乙腈的质量对小檗碱出峰时间有影响, 但不影响小檗碱与其它成分的分离。

表 1 金芪降糖片中小檗碱的含量测定结果

批 号	含量(mg/g)
9911097	13.9
9911098	13.6
9911099	13.2
9910086	14.3
9910088	15.2

参考文献:

- [1] 孟令杰, 阎汝南, 陈定一, 等. 反相高效液相色谱法测定黄连中成药小檗碱、黄连碱和巴马汀的含量[J]. 中成药, 1989, 11(12): 11-12.
- [2] 王俊秋. 消渴愈糖胶囊含量测定方法研究[J]. 中国现代应用药学杂志, 1998, 4(15): 48.
- [3] 卢萍, 郑俊华, 果德安, 等. 黄连愈伤组织的诱导及小檗碱和药根碱的含量测定[J]. 药物分析杂志, 1998, 18(2): 101-104.

薄层扫描法测定长安升白颗粒中小檗碱的含量

张旭香, 张兴运, 许志红*

(西安正大制药有限公司, 陕西 西安 710043)

长安升白颗粒是由黄芪、黄连、鸡血藤等 14 味中药制成的复方制剂, 具有益气补血、健脾补肾、活血通络之功效。其中黄连为本方中重要药材之一, 因此, 本研究采用薄层扫描法对黄连中小檗碱(转换成盐酸小檗碱)的含量进行了测定。

1 仪器与试药

日本岛津 CS-930 薄层扫描仪, 盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所), 长安升白颗粒(西安正大制药有限公司), 硅胶 G(青岛海洋化工厂), 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备: 取样品 1 g, 精密称定, 置磨口三角瓶中, 加盐酸-甲醇(1 : 100) 溶液 20 mL, 超声提取 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇溶解并定容于 5 mL 容量瓶中, 摇匀, 即得。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取盐酸小檗碱对照品适量, 加甲醇制成 0.5 mg/mL 的溶液。

2.3 薄层色谱条件及扫描条件^[1]: 吸附剂: 硅胶 G 板(105 活化 30 min); 展开剂: 苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨(6 : 3 : 1.5 : 1.5 : 0.5), 且在展开槽中加入等体积浓氨试液, 预平衡 15 min。展距 12 cm, 紫外线检出器下显色。采用双波长荧光线性扫描法, $\lambda_{\text{ex}}=366\text{ nm}$, $\lambda_{\text{em}}=400\text{ nm}$, $S_{\text{x}}=3$ 。

2.4 标准曲线的制备: 精密吸取对照品溶液 0.2, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 μL , 点于同一薄层板上, 按上述条件展开显色, 扫描测定。以点样量对斑点荧光强度积分值进行回归, 得回归方程 $Y=3821.02X+838.97$, $r=0.9992$, 线性范围 0.10~2.00 μg 。

2.5 稳定性试验: 对展开后样品中的盐酸小檗碱每隔一定时间测量一次斑点的荧光强度积分值, 结果

* 收稿日期: 2001-12-11