

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%, $RSD=0.87\%$ ($n=5$).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 仪器与试剂

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, $\lambda_{S}=366\text{ nm}$, $\lambda_{R}=400\text{ nm}$, $S_{X}=3$.

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

样品在 5 d内是稳定的, $RSD=2.54\%$ 。

2.6 精密度试验: 精密吸取供试品溶液 $2.0\mu\text{L}$, 在同板和异板上依法点样展开, 扫描测定, 结果前者 $RSD=0.87\%$ ($n=5$), 后者 $RSD=2.93\%$ ($n=5$)。

2.7 空白试验: 按处方比例制成不含黄连的长安升白颗粒, 按供试品制备方法制备及测定, 结果阴性对照无干扰。

2.8 加样回收率试验: 精密称取一定量的盐酸小檗碱对照品, 加到已知含量的样品中, 按上述方法制备供试品溶液, 依法测定, 结果平均回收率为 98.10% , $RSD=1.54\%$ ($n=5$)。

2.9 样品测定^[2]: 精密吸取供试品溶液 $2\mu\text{L}$, 对照

品溶液 $1\mu\text{L}$ 与 $4\mu\text{L}$, 交叉点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法测定, 测得 3批长安升白颗粒样品中盐酸小檗碱的含量分别为 $1.845, 1.940, 1.926\text{ mg/g}$ 。

3 讨论

经对供试品制备方法的研究表明, 超声 30 min 以上提取效果最好。本方法用于长安升白颗粒中盐酸小檗碱含量的测定, 简便、准确, 为控制该产品的质量提供了依据。

参考文献:

[1] 中国药典. 2000年版. 一部.

[2] 王宝. 中成药质量标准与标准物质研究[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.

HPLC法测定中药功能食品金奥立中总黄酮含量

贾淑杰¹, 张蓉¹, 李昌军^{2*}

(1. 天津市医药科学研究所, 天津 300070 2 天津市第四中心医院, 天津 302140)

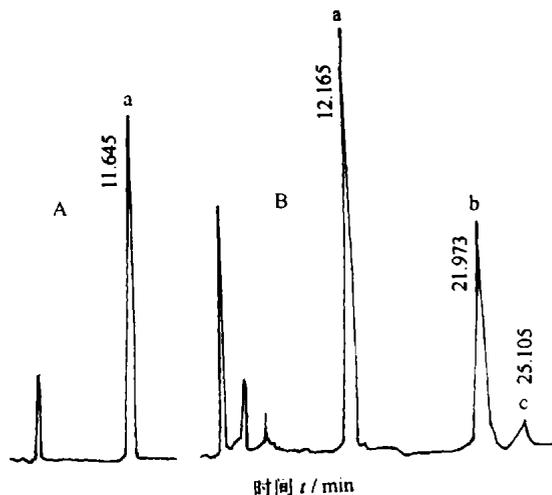
功能食品金奥立用于心脑血管疾病的保健, 主要成分是银杏叶提取物。目前国内有报道银杏叶提取物中槲皮素的含量的测定^[1,2]。随着中药功能食品逐渐被人们接受, 其内在质量控制变得十分必要。本实验采用酸水解法, 对生成的槲皮素、异鼠李素、山萘酚三种物质利用 HPLC法, 以槲皮素为对照品, 外标法测定, 然后按分子量比换算成总黄酮的含量。其结果准确度高, 重现性好, 操作性强, 可用于该产品的质量的控制。

1 仪器试剂及色谱条件

岛津 10A HPLC仪, SPD-10Avp紫外检测器, CTO-10Avp柱温箱, C-R8A积分仪; AE-240电子分析天平(瑞士梅特勒)。色谱柱 Hypersil ODS(250 mm×4.6 mm, $5\mu\text{m}$); 理论塔板数以槲皮素峰计算不低于 2500; 柱温 30°C ; 纸速 2 mm/min ; 检测波长 370 nm ; 流动相为甲醇-0.4%磷酸(450:550); 流速为 1.0 mL/min ; 槲皮素对照品, 购于中国药品生物制品检定所。水为重蒸馏水, 甲醇为色谱纯, 水解液为甲醇-蒸馏水-盐酸(7:2:1), 其余试剂均为分析纯。

2 实验方法及结果

2.1 标准曲线的制备: 精密称取槲皮素对照品约 5



A 槲皮素对照品 B 水解样品 a 槲皮素
b 山萘酚 c 异鼠李素

图 1 HPLC图谱

mg, 置于 50 mL量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度。分别精密吸取 1, 2, 3, 4, 5 mL置 25 mL容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀。分别进样 $20\mu\text{L}$, 以进样量为纵坐标, 峰面积为横坐标, 绘制标准曲线。结果表明, 当槲皮素浓度在 $0.080\sim 0.401\mu\text{g}$ 范围内其峰面积与进样量呈良好线性关系, 回归方程为 $Y=0.01340-4.324\times 10^{-7}X$, $r=0.9996$ 。