回流提取 6 h, 提取液蒸干, 加水 25 mL, NaOH 5 g, 振荡溶解, 于 120℃ 恒温加热 4 h, 放冷, 补充水至 25 mL, 加盐酸调节 pH 值 2~3, 用醋酸乙酯提取 5 次 (30, 20, 20, 20, 20 mL), 合并提取液, 置水浴上蒸干, 残渣用甲醇溶解, 并转移至 10 mL 容量瓶中稀释至刻度, 摇匀备用

2.4 精密度试验: 取同一供试品溶液连续进样 6 次 (每次 10 μ L), 测定峰面积值, 结果计算出 RSD=0.77% (n=6)

2.5 稳定性试验: 取同一供试品溶液, 每 2 h 进样 10 μ L, 依法测定峰面积值, 结果在 10 h 内稳定, RSD=0.64% (n=6)

2.6 加样回收率试验: 取已测含量的供试品适量, 精密加入对照品适量, 依法测定, 结果平均回收率为 98.83%, RSD=0.81% (n=5)

2.7 样品测定: 分别精密吸取供试品溶液以及对照品溶液各 10 μ L, 进样测定。外标两点法计算含量, 结果见表 1

3 讨论

3.1 使用的猪去氧胆酸对照品, 以所列色谱条件进

行归一化测定, 进样量 90 μ L 时, 结果其归一化纯度为 100%。

表 1 双胆片中猪去氧胆酸含量测定

批号	猪去氧胆酸含量 (mg/g)
000801	10.45
000802	10.87
000803	10.65
000804	10.52
000805	10.27
000806	10.64
000807	10.49
000808	10.72
000809	10.78
000810	10.38

3.2 按供试品含量测定项下对不含猪胆汁膏的阴性对照品进行测定结果在 HPLC 图谱上猪去氧胆酸峰相应位置上无干扰峰存在, 表明同性样品无干扰

参考文献:

[1] 万绍辉. 肠安口服液质量标准的制订 [J]. 中药材, 2000, 23 (1): 43-44.
 [2] 张文婷. 镇咳宁猪去氧胆酸的含量测定 [J]. 现代应用药学, 1996, 13 (8): 32-33.

薄层荧光扫描法测定养血升白口服液 中异秦皮啶的含量

薛暎为¹, 台爽英^{2*}

(1. 青岛华海制药厂, 山东 青岛 266100; 2. 青岛立康医药有限公司, 山东 青岛 266071)

养血升白口服液汲取了古代医药家学术思想的精华, 结合现代中医血液病学家的临床经验, 以当归补血汤为基础方加味刺五加、人参茎叶皂苷、女贞子等中药组成的方剂^[1,2], 具有益气补肾, 养血活血功能, 适用于白细胞减少症, 免疫功能降低及神倦乏力, 失眠多梦, 饮食无味, 毛发脱落等症。本实验对刺五加中的有效成分异秦皮啶采用薄层扫描法^[3]进行了含量测定, 方法学考察, 方法可行。

1 仪器、试剂

日本岛津 CS-910 薄层扫描仪, 硅胶 G 薄层板 (青岛海洋化工厂), 异秦皮啶对照品 (哈尔滨商业大学食品与中药工程学院制药工程系提供, 含量 99.2%, UV-MS¹³CNMR¹HNMR 及 IR 与文献一致^[4]), 养血升白口服液 (哈尔滨商业大学食品与中药工程学院制药工程系提供), 试剂均为 AR 级。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及扫描条件: 吸附剂: 硅胶 G, 展开剂: 环己烷-氯仿-醋酸乙酯-甲醇 (10:10:5:2), 扫描条件: λ_{ex} =375 nm, λ_{em} =500 nm, 狭缝: 1.25 mm $\times$ 1.25 mm, 单波长反射法锯齿扫描, S_x =3

2.2 对照品及供试品溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备: 取异秦皮啶于 60℃ 下减压干燥至恒重, 称取适量于容量瓶中, 用氯仿溶解配制成 0.05 mg/mL 的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备: 精密量取养血升白口服液 10 mL 于分液漏斗中, 加水 10 mL 稀释, 摇匀, 氯仿萃取 (20, 15 mL), 合并, 回收, 氯仿定容至 5 mL, 摇匀, 备用。

2.3 线性关系的考察: 精密吸取异秦皮啶对照品溶液 (0.0428 mg/mL) 1, 2, 3, 4, 5 μ L, 依次点于同一

* 收稿日期: 2001-12-20

硅胶 G薄层板上,展开,扫描,测定各斑点的峰面积积分值。以点样量为横坐标,斑点峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线。异秦皮啶在 0.05~0.25 μ g 呈现良好的线性关系,回归方程为: $Y=106.8X-2.81$, $r=0.995$

2.4 稳定性试验:于硅胶 G薄层板上,点异秦皮啶对照品溶液 3 μ L,展开,晾干,每隔 5 min 扫描一次,持续 1 h,峰面积的 $RSD=1.32$, ($n=11$),结果基本不变,稳定性良好。

2.5 精密测定:取供试品溶液,于硅胶 G板上交叉点供试液 5 μ L 各 5份,对照品 3 μ L 各 4份,扫描测定,计算结果供试品中异秦皮啶含量的 $RSD=2.88\%$, ($n=5$)

2.6 重复性测定:取同法制备的供试品溶液,按 2.1测定条件,于 5块硅胶 G薄层板上,分别交叉点供试品溶液 5 μ L 5份,对照品溶液 3 μ L 4份,进行薄层荧光扫描测定,计算供试品中异秦皮啶的含量,结果其 $RSD=2.27$, ($n=5$)

2.7 回收率测定:精密量取供试品溶液 5 mL,异秦皮啶对照品溶液 (0.537 25 mg/mL) 0.25 mL 于分液漏斗中,加水稀释至 20 mL,氯仿萃取 2次 (20, 15 mL),合并,回收溶剂,氯仿定容至 5 mL,摇匀,作为加样混合液。取本品 10 mL 同法制备样品液。在同一块硅胶 G薄层板上,相距 2 cm 分别点混合液 3 μ L,样品液 3 μ L,对照品溶液 3 μ L 各 2份,展开,取出,晾干,扫描,用外标法测定,5次加样回收率测定

结果为 100.8%, $RSD=2.06\%$ 。

取刺五加阴性液 10 mL,加异秦皮啶 (0.537 25 mg/mL) 0.5 μ L,同法制备空白回收液,在硅胶 G薄层板上点 3 μ L,同上法操作展开、扫描,5次空白回收率的平均值为 99.85%, $RSD=2.35$

2.8 样品中异秦皮啶的测定:取 10批样品,按 2.1 2.2项下测定方法进行样品制备及荧光扫描测定,结果见表 1

表 1 养血升白口服液中异秦皮啶的含量 ($n=3$)

批号	异秦皮啶含量 (mg/g)	批号	异秦皮啶含量 (mg/g)
0205	161	0.514	175
0208	146	0814	136
0213	116	0816	117
0502	178	0820	177
0508	182	0825	182

3 讨论

3.1 按供试品溶液制备方法,氯仿萃取 (20 mL, 15 mL $\times$ 5) 6次,分别回收溶剂,定容,进行薄层荧光扫描测定,结果前 2次异秦皮啶的含量占总量的 97.42%,故用氯仿萃取 2次即可。

3.2 本法方法灵敏,精密度高,为控制本品质量提供了一个可靠的方法。

参考文献:

- [1] 王浴生. 中药药理与应用 [M]. 北京:人民卫生出版社, 1983.
- [2] 沙世炎,徐礼,严敏加,等. 中药有效成分分析法 (上册) [M]. 北京:人民卫生出版社, 1980.
- [3] 赵体慧,邓秀兰,叶玉兰,等. 刺五加冲剂中异秦皮素的薄层扫描 [J]. 南京药学院学报, 1986, 17(1): 52.
- [4] 傅克治. 中国刺五加 [M]. 哈尔滨:黑龙江人民出版社, 1987.

不同提取工艺对金银花中绿原酸提取率的影响

李志华,许让翻*

(解放军第 146医院,山东 临沂 276001)

绿原酸为众多中药材 (如:金银花、茵陈、杜仲等) 中抗菌、消炎利胆的主要有效成份^[1]。绿原酸的提取方法较多,目前主要有水提醇沉法、水提石灰乳沉淀法、醇提铅盐沉淀法、聚酰胺柱层析法、超滤法等^[2]。本实验比较水提醇沉法及超滤法对金银花中绿原酸提取率的影响,以确定最佳提取方法。

1 实验材料

金银花药材为忍冬科植物忍冬的花蕾 (山东省平邑县流峪镇产),绿原酸对照品 (中国药品生物制

品检定所提供), LC-10ATvp 高效液相色谱仪 (日本岛津公司), SPD-10Avp 紫外检测器 (日本岛津公司), 中空纤维超滤器分子计流量 (河北大城水净化设备厂)

2 实验方法

2.1 样品的制备:取金银花 1 kg,加水 8 L,煎煮 2次,每次 1 h,滤过,滤液浓缩至 2 L,静置,滤过,备用。

2.1.1 超滤法:取提取液 1 L,超滤,收集超滤液,