

- [J]. 蜜蜂杂志, 1997, 12(2): 8-9.
- [3] 毛丽珍, 徐世芳. 蜂胶口服液中黄酮类化合物的测定 [J]. 中草药, 1998, 29(4): 231-232.
- [4] 刘松青, 唐先哲, 马文秀, 等. 高效液相色谱法测定银杏叶制品

中总黄酮 [J]. 中草药, 1995, 26(9): 461-462.

- [5] 蔡定国, 缪平, 顾明娟. 高速逆流色谱法从银杏叶分离异鼠李素、山柰酚和槲皮素对照品 [J]. 中药新药与临床药理, 1999, 10(1): 44-46.

北豆根气雾剂质量标准研究

陈志歆, 张怡, 王爱华*

(黑龙江省医药工业研究所, 黑龙江 哈尔滨 150040)

北豆根气雾剂为北豆根经提取分离制成的中药制剂, 具有清咽利喉、消肿止痛之功效。临床用于治疗急慢性咽炎已 20 余年, 疗效确切, 毒副作用小。北豆根总碱为北豆根中主要成分^[1], 北豆根总碱含量测定方法一直采用酸碱滴定法。为了有效地控制北豆根气雾剂的质量, 我们采用了紫外分光光度法测定总碱含量, 克服了酸碱滴定法中终点判定难的缺点, 使得北豆根的测定结果更准确, 同时为北豆根气雾剂制定了质量控制标准。

1 仪器、试剂与样品

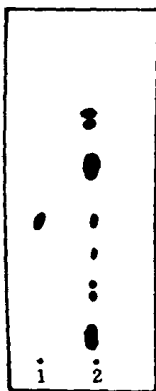
722 型光栅分光光度计 (上海第二分析仪器厂); 蝙蝠葛碱对照品 (中国药品生物制品检定所); 硅胶 G (青岛海洋化工厂); 试剂均为 AR 级。北豆根气雾剂 (黑龙江省医药工业研究所植化室制备)。

2 薄层色谱鉴别

2.1 供试品溶液的制备: 取本品 20 mL, 加氨水 2 mL, 振摇混匀, 用氯仿萃取 3 次 (40, 40, 20 mL), 分取氯仿液蒸干, 用 1 mL 甲醇溶解, 作供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备: 取蝙蝠葛碱对照品, 用甲醇制成 0.5 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 薄层色谱鉴别: 吸取上述 2 种溶液各 10 μ L, 分别点于同一硅胶 G



1 蝙蝠葛碱
2 北豆根气雾剂
图 1 TLC 图谱

薄层板上, 以氯仿-甲醇-氨水 (8: 1: 0.2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干。喷以碘化铋钾试剂^[2]。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点 (图 1)。

3 含量测定

3.1 对照品溶液的制备: 精密称取蝙蝠葛碱适量, 用

甲醇溶解制成 0.1 mg/mL 的溶液, 作对照品溶液。

3.2 供试品溶液的制备: 精密吸取北豆根气雾剂 10 mL, 加氨水 2 mL, 振摇混匀, 用氯仿萃取 4 次 (20, 20, 20, 10 mL), 分取氯仿液, 水浴蒸干, 残渣用甲醇溶解并定容至 10 mL, 作为供试品溶液。

3.3 标准曲线的制备: 精密吸取蝙蝠葛碱对照品溶液 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mL, 分别加 0.1% 溴甲酚绿 0.2 mL, 无水甲醇 5 mL, 摇匀, 用 722 型光栅分光光度计在 620 nm 处测吸光度, 回归方程: $A = 10.9C + 0.00065$, $r = 0.99997$ 。结果表明, 蝙蝠葛碱在 0.2~1.0 mg/mL 呈良好线性关系。

3.4 稳定性试验: 精密吸取一定量的供试品溶液, 按样品测定项下进行操作, 每 1 h 测定 1 次, 结果表明, 供试品在 10 h 内稳定, $RSD = 1.3\%$ 。

3.5 重现性试验: 精密吸取一定量的供试品溶液共 5 份, 按样品测定方法测定, 结果 $RSD = 1.72\%$, 重现性良好。

3.6 回收率试验: 采用加样回收法, 精密吸取已知含量的北豆根气雾剂 1 mL, 准确加入一定量蝙蝠葛碱对照品溶液, 按样品测定方法测定, 测得平均回收率为 98.5%, $RSD = 1.97\%$ ($n = 5$)。

3.7 样品的测定: 精密吸取供试品溶液 2 mL, 蒸干, 加 0.1% 溴甲酚绿 0.2 mL, 无水甲醇 5 mL, 摇匀, 在 620 nm 处测吸光度。结果见表 1。

表 1 北豆根气雾剂中北豆根总碱的测定 ($n = 3$)

批号	北豆根总碱量 (mg/mL)	$RSD (\%)$
000416	9.89	2.13
000527	10.07	1.88
000620	10.11	2.59

4 讨论

通过反复试验, 最后确定了薄层色谱鉴别方法, 该方法灵敏度高, 专属性强, 斑点显色明显, 结果易于观察判断。

北豆根中主要成分为生物碱,生物碱中活性成分为蝙蝠葛碱,以之为对照品,测定总碱含量

本方法操作简便,检测结果可靠,可作为该制剂的质量控制方法

不同种缬草中缬草三酯和缬草烯酸类成分的 HPLC分析和比较

黄仁泉,张立,杨建丽*
(西安高科天诚医药生物工程有限公司,陕西 西安 710075)

败酱科缬草属 (*Valerina* L.)植物入药部位为根茎^[1-3]。缬草根作为镇静药已有很久的用药历史,我国明代李时珍就曾在《本草纲目》中记载。国外可以追溯到两千年前的 *Discorides* 时代,现在英、法、德等 20 余个国家的药典中均有记载^[2]。

长期以来,人们一直努力寻找缬草中起镇静作用的有效成分。近年来,欧美学者倾向于认为缬草三酯和缬草烯酸类化合物是主要成分^[2-7],同时以缬草烯酸作为缬草及其提取物的质量衡量标准。国内未见对各种缬草中上述有效成分的比较,也未提出一个衡量缬草提取物的明确指标,这影响了我国缬草在国际生药市场的地位。本研究对几种缬草中上述有效成分进行了 HPLC分析和比较。

1 材料和仪器

东北缬草 *Valeriana coreana* Briq.,毛节缬草 *V. stubendorfi* Kreyerex Kom.和黑水缬草 *V. a-murensis* P. Smirn. ex Kom.采自东北;长序缬草 *V. hardwickii* Wall.采自广西;拔地麻 *V. pseudo-officinalis* C. Y. Cheng et H. B. Chen和心叶缬草 *V. jalamansi* Jones采自陕西秦岭;欧缬草 *V. officinalis* L.购自美国 Natrasource Inc.公司。

缬草三酯 (valepotrite)、缬草烯酸 (valerenic acid)、乙酰基缬草烯酸 (acetoxo valerenic acid)、缬草烯醛 (valerenal)和羟基缬草烯酸 (hydroxy valerenic acid)对照品购自英国 Apin Chemicals Limited公司。

Water 600分析用色谱仪,Waters 468 UV-VIS 检测器,Waters自动进样器。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: Zorbax SB-C₁₈ (4.6 mm×150 mm, 5 μm);流动相: 甲醇-0.5% 磷酸 (80: 20);

参考文献:

[1] 郭晓庄. 中国中草药大辞典 [M]. 天津: 天津科技翻译出版公司, 1992.

[2] 张贵君. 常用中药鉴定大全 [M]. 哈尔滨: 黑龙江科学技术出版社, 1993.

流速: 1.5 mL/min;波长 225 nm 结果见图 1

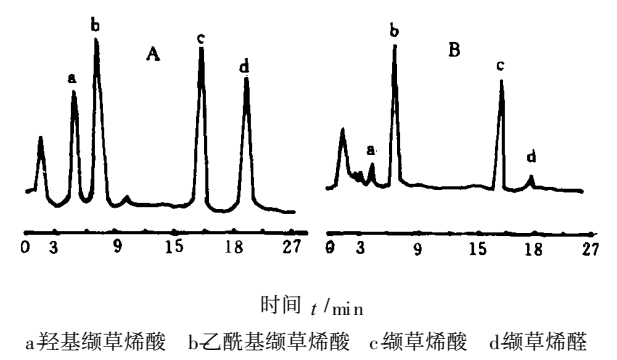


图 1 对照品 (A)与欧缬草 (B)的 HPLC图

2.2 溶液的制备: 取缬草干燥根粉 (80目筛)约 100 mg,精密称量,置 10 mL具塞试管中,精密加入 80% 甲醇水溶液 2 mL,超声 30 min,离心 5 min,上清液作为样品溶液。准确称取缬草烯酸、缬草烯醛、羟基缬草烯酸、乙酰基缬草烯酸和缬草三酯的对照品,加甲醇溶液,制成约 0.1 mg/mL溶液,作为对照品溶液。

2.3 标准曲线绘制: 准确稀释上述对照溶液 10倍,进样 5, 10, 15, 20, 25 μL,按上述色谱条件依次进行分析测定,计算得出多成分的回归方程及线性范围,见表 1。

表 1 各成分工作曲线				
名称	回归方程	r	线性范围 (μg)	
羟基缬草烯酸	$Y = 3.044 \times 10^4 X + 0.072$	0.999 2	0.5~	2.5
乙酰基缬草烯酸	$Y = 2.566 \times 10^4 X - 0.006$	0.998 7	0.1~	2.5
缬草烯酸	$Y = 3.325 \times 10^4 X + 0.028$	0.999 1	0.05~	2.0
缬草烯醛	$Y = 3.233 \times 10^4 X + 0.005$	0.996 8	0.05~	2.0

2.4 精密度试验: 进样对照品溶液 10 μL,连续进样 8次,羟基缬草酸、乙酰基缬草酸、缬草烯酸、缬草烯醛峰面积的 RSD 分别为 0.53%, 0.52%, 0.55%, 0.50%。

* 收稿日期: 2002-05-30