4.2 葛根素为异黄酮类化合物,经聚酰胺色谱柱分离,去除了多数干扰成分,但醇洗脱液中的小檗碱仍干扰葛根素薄层色谱分析,加入盐酸溶液,使小檗碱形成盐酸盐,用醋酸乙酯将葛根素提出,制成供试品液。进行薄层色谱分离,色谱斑点圆整、清晰,分离效果理想。

4.3 淫羊藿苷的含量测定中,本品若以 70%乙醇提取后直接进行 HPLC含量测定,则供试品液对液相色谱柱污染严重。本实验中对供试液采用聚酰胺柱预处理,水洗液中未检出淫羊藿苷;再用 90%乙醇洗脱,对醇洗脱液进行 HPLC测定,以乙腈-水(24∶76)为流动相,淫羊藿苷能与其他干扰成分实现基线分离。

References:

[1] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol Ⅰ.

[2] Liu W Q, Long X H. *Identification of Traditional Chinese Medicinal Materials in Chinese Patent Medicine by Thin Layer Chromatography* (中成药中的药材薄层色谱鉴别) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1997.

痛经平胶囊的质量标准研究

李 彤[1],赵志军[2], 里玉[3],杨彩琴[3],王 静[3],姚子华[1*]

(1. 河北大学化学与环境科学学院,河北 保定 071002; 2. 河北省药品检验所,河北 石家庄 050011; 3. 河北医科大学,河北 石家庄 050017)

痛经平胶囊由当归、赤芍、元胡等 8味中药经提取加工而制成,具有止痛化瘀之功效,主治痛经、月经不调等症。为了控制该制剂的质量,本实验采用薄层色谱法对制剂中当归、赤芍、元胡进行了定性鉴别,并采用 HPLC法对该制剂中的主要成分阿魏酸进行了含量测定,结果满意。

1 仪器与试剂

LC-480高效液相色谱仪 (美国 PE公司);阿魏酸、芍药苷、延胡索乙素对照品 (中国药品生物制品检定所);甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其余试剂均为分析纯;痛经平胶囊 (河北医科大学药学院提供)。

2 定性鉴别

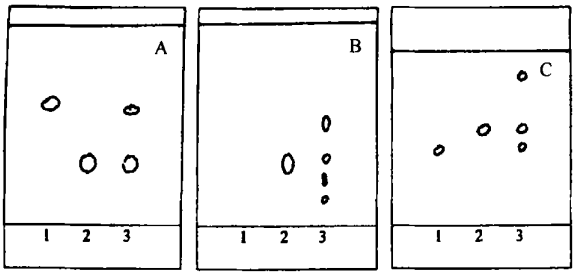
2.1 赤芍的鉴别[1]:取本品内容物 4 g,加乙醚 70 mL,索氏提取器回流 1 h,弃去乙醚液,药渣挥干溶剂,加甲醇 100 mL,回流提取 1.5 h,提取液回收至干。残渣加水 10 mL溶解,过滤,滤液以 2 mL/min的流速通过已处理好的 D-101大孔树脂柱,用水 500 mL洗涤,继以用 70%乙醇洗脱。弃去初滤液 10 mL,收集续滤液 100 mL置水浴上蒸干,残渣加甲醇,定容于 5 mL量瓶中,摇匀,作为供试品溶液。另取缺味配制的模拟制剂,同法制备,得阴性对照溶液。取芍药苷对照品,加甲醇制成 1 mg/mL的对照品溶液。吸取上述溶液各 5μL分别点于同一以羟甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-甲酸 (30∶15∶10∶2∶0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5%香草醛硫酸溶液,热风吹至斑点显色清晰。供试品色谱中在与对照品色谱相应的位置上显相同的蓝紫色斑点,阴性对照无此特征斑点 (图 1-A)。

2.2 元胡的鉴别[2]:取本品内容物 1 g,加浓氨水湿润,加乙醚 20 mL密闭,室温避光冷浸 24 h。吸取上清液 10 mL用 10%醋酸萃取 3次,每次 8 mL,合并酸萃取液,用浓氨水调 pH 10~11,再用氯仿萃取 3次,每次 15 mL,合并氯仿液,水洗至中性,用无水硫酸钠脱水后水浴蒸去溶剂,室温放冷,置干燥器中敞口放置 12 h,精确加入 0.5 mL甲醇溶解,制得供试品溶液。另取缺味配制的模拟制剂,同法制备,得阴性对照溶液。取延胡索乙素对照品及中性硫酸盐适量,加甲醇制成 1 mg/mL延胡索乙素的溶液作为对照品溶液。吸取上述溶液各 5μL分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G薄层板上,以石油醚-醋酸乙酯 (2∶1.7)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以改良碘化铋钾溶液,供试液色谱中在与对照品色谱相应的位置上显相同的橙红色斑点,阴性对照无此特征斑点 (图 1-B)。

2.3 当归的鉴别[3]:取本品内容物 2 g于索氏提取器中,加 100 mL乙酸乙酯-甲醇混合液 (9.5∶0.5)连续提取 4 h,提取液回收至干,加适量甲醇溶解。过滤,定容于 10 mL容量瓶中,制得供试品溶液。另取缺味配制的模拟制剂,同法制备,得阴性对照溶

* 收稿日期: 2002-06-14

液。取阿魏酸对照品,加甲醇制成 1 mg/mL的溶液作为对照品溶液。吸取上述溶液各 5μL,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G薄层板上,以苯-醋酸乙酯-甲酸(5∶3∶0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以显色剂 1% $FeCl_3$和 1% $K_3[Fe(CN)_6]$等量混合溶液。供试液色谱中在与对照品色谱相应的位置上显相同的蓝色斑点,阴性对照无此特征斑点(图 1-C)。



1-阴性对照 2-对照品 3-供试品

1-negative reference substance 2-reference substance 3-sample

图 1 赤芍(A)、元胡(B)和当归(C)的 TLC图谱

Fig. 1 TLC chromatograms of *Radix Paeoniae Rubra* (A), *Rhizoma Corydalis* (B) and *Radix Angelicae Sinensis* (C)

3 阿魏酸含量测定[3]

3.1 高效液相色谱条件:色谱柱 Kromasil-100 C_{18}柱(150 mm×4.6 mm,5μm),流动相为甲醇-5%醋酸(25∶75),流速为 1.0 mL/min,检测波长为 320 nm,柱温为 25℃。

3.2 溶液的制备:取本品胶囊 10粒去壳后,研匀,精密称定细粉 2 g,置索氏提取器中,加 100 mL乙酸乙酯-甲醇液(9.5∶0.5)连续提取 4 h,回收溶剂,蒸干。残渣加适量甲醇溶解,并全部转移到 10 mL容量瓶中,用甲醇定容,摇匀。过 0.45μm滤膜,弃去初滤液,取续滤液作为供试品溶液。精密称取阿魏酸对照品 5.33 mg置 50 mL容量瓶中,以甲醇定容,得对照品溶液。

3.3 标准曲线的建立:精密吸取对照品溶液 2,4,6,8 mL,分别置 10 mL容量瓶中,以甲醇定容,分别取系列对照溶液各 10μL进样。每个浓度重复 5次,以峰面积平均值为纵坐标,以对照品溶液浓度为横坐标进行回归,计算得回归方程 $A = -0.1884 + 0.05497C$, $r = 0.9999$,阿魏酸在 0.2131~1.066 μg线性关系良好。

3.4 精密度试验:取阿魏酸对照品溶液 10μL进样,重复 5次,峰面积 $RSD = 1.37\%$。

3.5 重现性试验:取同一批痛经平样品胶囊 5份,制备供试液,进样,计算,结果得峰面积 $RSD = 2.17\%$。

3.6 回收率考察:取同一批号的样品胶囊 5份,每份约精称 1 g,精密加入阿魏酸对照品适量,按 3.2项下方法制备,按 3.7项下测定,计算回收率。阿魏酸平均回收率为 99.77%,$RSD = 1.07\%$。

3.7 样品含量测定:取供试品溶液 10μL进样,重复 5次,以阿魏酸峰面积代入回归方程,计算样品中阿魏酸的含量,结果见表 1。

表 1 痛经平胶囊中阿魏酸含量的测定结果($n = 5$)

Table 1 Results for determination of ferulic acid in Tongjingping Capsule ($n = 5$)

批 号	阿魏酸含量/(mg·g^{-1})
20006121	0.3489
20006122	0.1908
20006131	0.3547
20006132	0.3164

4 讨论

4.1 在赤芍的鉴别中,由于组分多,干扰严重,故采用 D-101大孔树脂处理分离出芍药苷,达到明显的效果。

4.2 在元胡的鉴别中,由于延胡索乙素的热不稳定性,水浴温度不应超过 70℃。

4.3 在阿魏酸含量测定条件的选择时,阿魏酸对照品溶液 UV光谱图中在 240,320 nm处分别有吸收峰,而后者有强吸收,故选 320 nm作为检测波长。以甲醇-5%醋酸不同比例作流动相,发现以甲醇-5%醋酸(25∶75)作为流动相时阿魏酸分离效果最佳,且保留时间较短,故选此比例溶剂为流动相。

References

[1] Zheng J, Liu Y Z, Dong W H. Studies on quantitative analysis of paeoniflorin in Shaofu Zhuyu Granule by TLC [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1997, 19(8): 16-17.

[2] Zhang G Y, Wang Y M, Wang D J. Determination of corydalise B in Chenxiang Shuqi Pill by TLC-scanning [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1992, 14(2): 13-14.

[3] You W M. Determination of ferulic acid in Chanfukang Granule by HPLC [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1996, 18(8): 12-13.

保 护 环 境 保 护 植 被