

2.3.5 样品含量的测定: 样液稀释 4 倍后, 精密吸取 2 mL, 按标准曲线项下的方法测定供试液中葡萄糖含量, 按下式计算海芋中的多糖含量, 结果海芋中多糖含量为 17.29%, RSD= 1.81% (n= 3)。

$$\text{多糖含量} = \frac{CDf}{W} \times 100\%$$

W: 样品质量(μg); C: 样品溶液中葡萄糖的浓度(μg/mL); D: 样品溶液多糖的稀释倍数; f: 稀释因子

3 讨论

大多数文献中的单糖 TLC 色谱显色往往采用苯胺-邻苯二甲酸, 而本实验采用 α-萘酚-硫酸显色, 因为苯胺-邻苯二甲酸无法显色己酮糖(果糖), 且其显色区别较小, 而 α-萘酚-硫酸颜色区别较明显。在本实验中, 阿拉伯糖、果糖都因其颜色不同而直接可以排除。但有两点需注意: 一是显色时间要控制好, 时间过长会使整个薄层板变成黑色, 从第一个斑点出现至所有斑点出现只在最后 1 min 完成; 二是显色结束后应立即记录颜色, 否则颜色会发生变化, 尤其是紫色和蓝色, 会引起错误的结论。

董群等^[9]提出对于由不同单糖构成的杂多糖, 应采用与杂多糖组成相同的混合单糖制作标准曲线。但此法的前提是必须先获得单糖组成的物质的量比, 这通常需要通过高效液相凝胶色谱来确定。本

实验采用的含量测定以葡萄糖代替各种单糖的改良苯酚-硫酸法仍不失为一种简单易行的方法。

References:

[1] Yang C L. *Poisonous Herbs* (毒药本草) [M]. Beijing: China Press of Traditional Chinese Medicine, 1993.

[2] Tian Y, Ke Y, Zhou X J, *et al.* Common-used anticancer herbs “Sheliugu” in Shanghai [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 1999, 22(9): 439-441.

[3] Zhou J Y. Prescription of *Alocasia* used to treat immuno-suppression disease [J]. *World Phytomed* (国外医药·植物药分册), 2001, 16(3): 129-129.

[4] Wang J, Gong X G. Advances in the studies on the antitumor activity and immunomodulating action of polysaccharides [J]. *Chin J Biochem Pharm* (中国生化药物杂志), 2001, 22(1): 52-54.

[5] Ke Y, Zhou X J, Bo Q M. Studies on the antitumour effect of *Alocasia macrorrhiza* [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 1999, 22(5): 252-253.

[6] Sun W J. *Extraction, Separation and Preparation of Natural Medicinal Components* (天然药物成分提取分离与制备) [M]. 2nd ed. Beijing: Chinese Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 1999.

[7] Liu J R, Jiang F S, Dan J M, *et al.* Ultrasound extract and content determination of polysaccharides of *Eremurus anderiensis* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33(4): 322-323.

[8] Wang D, Lin L, Yuan C L, *et al.* Analysis on content of polysaccharides of *Semen Plantaginis* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33(10): 896-897.

[9] Dong Q, Zheng L Y, Fang J N. Modified phenol-sulfuric acid method for determination of the content of oligo-and polysaccharides [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 1996, 31(9): 550-553.

HPLC 法测定清肺抑火片中黄芩苷的含量

张义友, 傅红*, 包淑英, 王振中, 刘洪利, 黄振宇*

(天津市医药教育中心, 天津 300400)

清肺抑火片由《中华人民共和国药典》2000 年版一部清肺抑火丸处方化裁而来, 由黄芩、栀子、知母、浙贝、黄柏、苦参、桔梗、前胡 8 味中药组成。具有清热止咳、化痰通便的功效。用于肺热咳嗽、痰黄黏稠、口干咽痛、大便干燥等疾病。黄芩在处方中为君药, 黄芩的主要成分为黄芩苷, 测定黄芩苷的含量能够反映和控制该片剂的内在质量。本实验采用 RP-HPLC 测定其中黄芩苷的含量, 为控制清肺抑火片的质量提供依据。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪, SPD-10A

紫外分析仪, CTO-10AS 柱温箱, DGU-12A 脱气机。浙大 N2000 双通道色谱分析系统, KQ-2500E 数据超声波清洗器。

黄芩苷对照品购自中国药品生物制品检定所, 批号: 715-200111; 甲醇、四氢呋喃为色谱纯, 磷酸为分析纯, 水为二次蒸馏水。

各药材由天津市医药教育中心标本室提供, 经本校王振中药师鉴定。清肺抑火片由天津市中药制药厂提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Shim-pack VP-ODS (150 mm ×

* 收稿日期: 2003-11-18

作者简介: 张义友(1967—), 男, 天津市人, 讲师, 1989 年毕业于天津师范大学, 2001 年北京大学研究生课程进修班药学专业结业, 主要从事药物研究及物理化学、有机化学教学工作。

* 通讯作者 Tel: (022) 26650800

4. 6 mm, 5 μ m); 流动相: 甲醇-水-四氢呋喃(40:60:1, 用磷酸调整 pH 3); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 276 nm; 进样量: 20 μ L; 柱温: 45 $^{\circ}$ C。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取 60 $^{\circ}$ C 真空干燥 4 h 黄芩苷对照品 24.6 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 得含黄芩苷 0.492 mg/mL 的溶液, 备用。

2.3 供试品溶液的制备: 取清肺抑火片粉碎过 80 目筛, 精密称取 0.6 g 于 100 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 40 $^{\circ}$ C 超声提取 30 min, 用甲醇补至刻度, 0.45 μ m 有机滤膜滤过, 取续滤液, 备用。

2.4 阴性对照溶液的制备: 按处方组成, 剔除黄芩, 依照清肺抑火片的制备工艺, 制成不含黄芩的阴性样品, 按 2.3 项下方法制成缺黄芩阴性对照溶液。

2.5 线性关系考察: 分别精密量取黄芩苷对照品溶液 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 mL 于 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 分别进样 20 μ L, 测定峰面积。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。得回归方程: $Y = 1807723X - 22327$, $r = 0.9999$, 线性范围为 0.197~2.46 μ g。

2.6 精密度试验: 取黄芩苷对照品溶液重复进样 6 次, 每次 20 μ L, 测定峰面积, 计算得其 RSD = 0.86% ($n = 6$)。

2.7 重现性试验: 取同一样品(批号: 0212501)粉末 5 份, 分别按 2.3 项下方法制备供试品溶液, 进样测定, 计算得黄芩苷含量的 RSD = 1.43% ($n = 5$)。

2.8 稳定性试验: 取同一供试品溶液, 每 2 h 进样 20 μ L, 测定黄芩苷峰面积值, 结果其 RSD = 1.84% ($n = 11$)。可见, 供试品溶液在 20 h 内稳定。

2.9 加样回收率试验: 精密称取已知黄芩苷含量的

样品适量, 分别精密加入不同量的黄芩苷对照品, 按 2.3 项下方法操作, 进样测定, 计算回收率, 结果平均回收率为 98.4%, RSD = 1.67% ($n = 6$)。

2.10 样品的测定: 分别精密称取 30 mg 样品 3 份, 置 10 mL 量瓶中, 按 2.3 项下方法操作, 吸取上清液 20 μ L 进样分析, 计算样品中黄芩苷的含量, 结果见表 1。色谱图见图 1。

表 1 清肺抑火片中黄芩苷含量的测定 ($n = 3$)

Table 1 Baicalin in Qingfei Yihuo Tablet ($n = 3$)

批号	黄芩苷含量/(mg·片 ⁻¹)	RSD/%
0303519	9.90	1.56
0304520	9.68	1.97
0212501	9.84	1.26

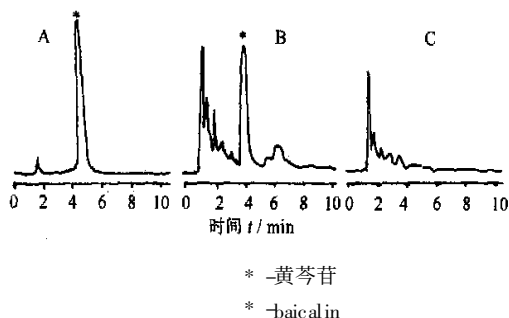


图 1 黄芩苷对照品(A)、清肺抑火片(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC of baicalin (A), Qingfei Yihuo Tablet (B), and negative sample (C)

3 讨论

超声提取与回流提取比较, 超声提取耗时短、提取较完全。

本实验所选色谱系统具有保留时间合适, 节约流动相且峰形对称, 分离效果好。本方法操作简便, 结果准确, 重现性好, 可作为该制剂的质量控制方法。

超微细化对三七中总皂苷溶出效果的影响

李春华¹, 黄可龙¹, 林强^{2*}

(1. 中南大学化学化工学院, 湖南 长沙 410083; 2. 海南大学理工学院, 海南 海口 570228)

我国有丰富的中药资源, 但传统的粗放型的加工方法使得中药服用量大且机体吸收率低, 很难发挥其应有的效能, 粉体微细化技术正好适应这一要求。中药粉体有效成分的溶出与颗粒粒度之间存在着密切的关系, 中药通过超微细化后可以大大提高

有效成分的利用率。本研究以三七为代表, 以总皂苷为溶出指标, 利用分光光度法测定其溶出量和溶出速率, 考察不同粒度三七粉中总皂苷的溶出规律, 评价超微细化对三七总皂苷溶出效果的影响。

1 实验部分

* 收稿日期: 2003-12-08

作者简介: 李春华(1969—), 男, 湖南隆回人, 中南大学讲师, 博士, 从事天然产物化学和资源综合利用研究。