

道^[3],用水提醇沉法、碱提醇沉法等得到的羊栖菜多糖的质量分数为 2.30%左右,而本研究用酶法提取所得的多糖的质量分数为 4.89%,和一般方法相比有了很大的提高,提示羊栖菜多糖以酶法提取为佳。

References:

[1] Editorial Board of China Herbal, State Administration of

Traditional Chinese Medicine, China. *China Herbal* (中华本草) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1999.

[2] Guo F, Xu S Y. Study of extraction of *Sargassum fusiforme* polysaccharide [J]. *Food Ind* (食品工业), 2002, (3): 11-13.

[3] Bian J, Wu Y F, Zhang D J, et al. Study the different extraction on polysaccharide from *Sargassum fusiforme* [J]. *Chin J Naut Med Hyperbar Med* (中华航海医学与高气压医学杂志), 2002, 9 (3): 187-188.

HPLC 法测定清热化滞颗粒中大黄酚

新朝东¹, 许瑞征¹, 刘书堂²

(1. 天津药物研究院, 天津 300193; 2. 承德颈复康药业集团有限公司, 河北 承德 067000)

清热化滞颗粒由大黄(酒炒)、焦槟榔、大青叶、北寒水石、山楂(焦)、薄荷、化橘红、草豆蔻、广藿香、前胡、麦芽(焦)11味中药组成,主要功效为清热化滞、表里双解,用于乳食内积、久滞化热兼外感风热症。大黄(酒炒)是清热化滞颗粒的君药之一,主要有效成分为蒽醌类化合物,以大黄酚为标志性成分,因此本实验对清热化滞颗粒中大黄酚进行了 HPLC 法测定。

1 仪器和试剂

RAININ SD-200 泵, RAININ UV-C 检测器, SP4600 积分仪。甲醇、冰醋酸、醋酸乙酯、乙醇、盐酸均为分析纯,去离子水,大黄酚对照品购自中国药品生物制品检定所(批号 96-200107)。清热化滞颗粒剂为承德颈复康药业集团有限公司制备。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Kromasil C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)(天津市三维色谱仪器配件厂);检测波长 288 nm, 体积流量: 1.0 mL/min, 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(90:10:1)。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备: 精密称取大黄酚对照品 5 mg, 置 25 mL 量瓶中, 用醋酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀; 精密量取 1 mL 置 10 mL 量瓶中, 用醋酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得(含大黄酚 0.02 mg/mL)。

2.2.2 缺大黄供试品溶液的制备: 按清热化滞颗粒的制备方法制备缺大黄(酒炒)的阴性样品, 按供试品溶液的制备方法制得阴性溶液, 进样, 记录色谱图。结果其他药味对大黄酚测定无干扰。见图 1。

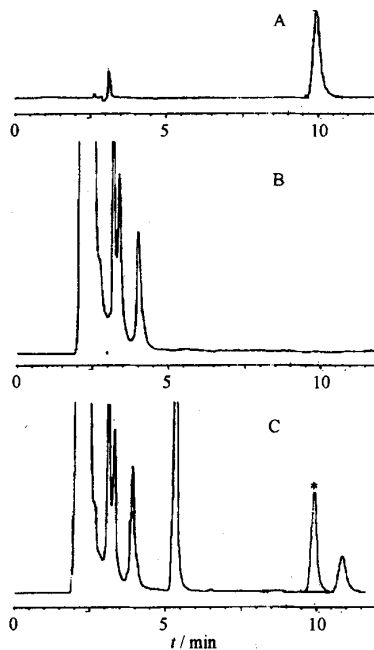


图 1 大黄酚对照品(A)、缺大黄的阴性对照(B)和清热化滞颗粒(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of chrysophanol reference substance (A), negative sample (B), and Qingre Huazhi Granules (C)

2.2.3 供试品溶液的制备: 因大黄(酒炒)所含蒽醌类成分主要为结合型的, 故选用乙醇提取后加酸水解后进行测定。将样品研细, 精密称取 5.0 g, 置 100 mL 圆底烧瓶中, 加乙醇 50 mL, 密塞, 称定质量, 室温下浸泡 1 h 后于水浴中加热回流 1 h, 放冷, 用乙醇补足减失的质量, 滤过, 弃去初滤液, 精密量取续滤液 20.0 mL 置烧瓶中, 水浴上蒸至近干, 加入盐

酸-水(1:10)溶液 25 mL,置水浴加热水解 1 h,立即冷却,用乙醚提取 4 次(20 mL×2, 15 mL×2),合并乙醚液,挥干,残渣用醋酸乙酯溶解并定容至 25 mL 量瓶中,作为供试品溶液。

2.3 标准曲线的绘制:分别量取大黄酚对照品溶液 2.0、5.0、7.5、10、12.5、15 μ L 注入液相色谱仪,测定大黄酚峰面积。以进样量为纵坐标,峰面积为横坐标作图,进行线性回归,结果回归方程为 $Y=7.98 \times 10^{-6} X + 5.2 \times 10^{-4}$, $r=0.999 5$ 。表明大黄酚的进样量在 0.04~0.30 μ g 与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 精密度的试验:取供试品溶液,精密量取 3 μ L 进样,重复 6 次,测定大黄酚峰面积,计算其 RSD 为 1.29%。

2.5 稳定性试验:取供试品溶液,每隔 2 h 进样,记录色谱图,测定大黄酚峰面积,结果 8 h 内大黄峰面积 RSD 为 0.44%,表明供试品溶液在 8 h 内稳定。

2.6 重现性试验:取批号 970325 样品 5 份,分别制备供试品溶液,测定大黄酚峰面积,计算得大黄酚的平均质量分数为 0.25 mg/g, RSD 为 1.01%。

2.7 回收率试验:取样品细粉,精密称取约 2.5 g,按 80%、100%、120% 水平加入大黄酚对照品,制备供试品溶液,按外标法以峰面积测定,计算,结果平均回收率为 99.35%, RSD 为 1.01% ($n=6$)。

2.8 样品的测定:取清热化滞颗粒样品 10 批按测定方法操作,测定样品中的大黄酚,测定结果见表 1。

表 1 清热化滞颗粒中大黄酚测定结果 ($n=2$)

Table 1 Chrysophanol in Qingre Huazhi Granules ($n=2$)

批 号	大黄酚/(mg·g ⁻¹)	批 号	大黄酚/(mg·g ⁻¹)
000526	0.368	020805	0.447
020708	0.403	020812	0.392
020715	0.385	020819	0.419
020722	0.327	020823	0.445
020728	0.359	020828	0.426

3 讨论

大黄酚在 288、256 nm 波长处有最大吸收,经比较,选择在 288 nm 波长检测,灵敏度较高,干扰少。

测定数据表明:大黄酚经乙醇提取 1 h 已提取完全,而乙醚萃取第 5 次以 20 mL 乙醚提取测得的大黄酚非常小,所以 4 次提取大黄酚已基本提取完全;测定时,结合型的大黄酚加热酸水解时间以 60 min 为好。

采用本法测定清热化滞颗粒中大黄酚,回收率好,精密度高,能很好的用于清热化滞颗粒的质量控制,另外,大黄中的大黄素和大黄素甲醚在本色谱系统中也能与其他成分很好的分离,也可用于质量控制的指示化合物。

2006 年全国医院药学(合理用药)学术会议征文通知

随着医院药学事业的发展,医院药学模式是以病人为中心由供应型向服务型转换,临床药学作为医院药学的重要组成部分,其目的就是如何提高合理用药水平,为病人服务。因此,合理用药工作质量的好坏直接关系到医疗质量和合理用药水平。为适应新形势的需要,探讨合理用药的新经验、新动向,更好为病人服务,促进医院药学事业的发展,中国药学会医院药学专业委员会拟在 2006 年 9 月主办以研讨合理用药为主题的全国医院药学学术会议,现向全国药学专业人员征文。

1 征文内容

现代医院药学学科建设与发展;医院药学的机构设置与专业设置;医院药学的工作性质和任务;医院药学制剂室的建设、现状和发展前景;我国临床药学的现状和前途;我国医院药学的人才现状和专业人才的培养;如何开展适合我国的临床药学;药学咨询和药学服务的经验和体会;临床药学中合理用药判断标准及其他问题;医院药学研究中的新技术、新成果;其他医院药学的有关热点问题。

2 征文要求

未公开发表的论文均可作为本次会议的征文稿。全文控制在 3 000 字内,研究论文需附中、英文摘要(书写格式请按《中国医院药学杂志》投稿要求),综述不超过 4 000 字。所有征文超过 1 000 字者均需另附 800 字左右的摘要,附软盘。论文截止日期:2006 年 5 月 30 日。论文可通过邮局寄至《中国医院药学杂志》编辑部,条件允许最好发电子邮件,请注明作者详细联系地址和电话。

编辑部地址:武汉市胜利街 155 号,邮政编码:430014,电话:027-82836596;E-mail: 82836596@163.com。请在信封和论文稿件及电子邮件上注明“会议征文”字样,以免同杂志正常稿件混淆。

3 说明

会议录用后均给第一作者发会议通知;会议将编辑论文集;会议设优秀论文一、二、三等奖;与会代表将获取国家继续教育学会证书。会议地点成都。