

皂甙的含量,但由于背景有干扰,斑点不清晰,无法扫描,用酸水解后皂甙元的斑点清晰,干扰小。实验结果表明,本法重现性好,可用于心脉通口服液的质量控制。

参考文献

1 曹成顺,何念民. 参麦注射液中人参二醇的薄层扫描测定. 中成药,1991,13(6):16

(收稿:1997-12-10)

薄层比色法测定沙日嘎-4 汤中姜黄素的含量

王青虎 白玉霞 布仁图雅

(内蒙古蒙医学院蒙药系 通辽 028041)

沙日嘎-4 汤是由姜黄 150g、黄柏 90g、蒺藜(制) 120g、栀子 150g 4 味药材组成的煮散。蒙医临床上主治小便闭止、尿频、尿急、尿中带血、膀胱刺痛等症^[1]。其中主要成分姜黄的有效成分为姜黄素。现用薄层分离,比色法测定沙日嘎-4 汤中姜黄素的含量。

1 仪器、药品及试剂

1.1 仪器 7230 分光光度计(上海分析仪器厂); ZF-I 型三用紫外分析仪(上海顾村电光仪器厂);微量进样器(上海医用激光仪器厂)。

1.2 药品 姜黄、黄柏、蒺藜、栀子购自通辽药材站,并经蒙药鉴定教研室鉴定。姜黄:姜科植物姜黄 *Curcuma longa L* 的干燥根茎。黄柏:芸香科植物黄皮树 *Phellodendron chinense Schneid* 的干燥树皮。蒺藜:蒺藜科植物蒺藜 *Tribulus herreshris L* 的干燥成熟果实。栀子:茜草科植物栀子 *Gardenia jasminoides Ellis* 的干燥成熟果实。沙日嘎-4 汤:内蒙古蒙医学院附属医院蒙药制剂室提供。批号:96090402。按文献^[1]处方及方法配制的自拟制剂。姜黄素对照品:中国药品生物制品检验所提供。

1.3 试剂 姜黄素对照品溶液:准确称取姜黄素对照品 10mg,置 10ml 容量瓶中,加适量甲醇溶解后,用甲醇稀释至刻度。摇匀,即得姜黄素对照品溶液(1mg/ml)。硅胶 G(60 型):中国青岛海洋化工集团公司出品。所用试剂均为分析纯。

2 薄层色谱条件

2.1 薄层板制备 取硅胶 G 及 0.5% 羧甲基纤维素钠水溶液(1:3)的比例研磨混合,均匀涂布于玻璃板(15cm×20cm)上,自然晾干,再用 0.1% 三乙醇胺-丙酮(1:1)展开,挥干,置干燥器中备用。

2.2 展开剂的选用 取适量样品甲醇提取液、姜黄素对照溶液和姜黄空白液点于同一块备用的硅胶 G 板上,以氯仿:甲醇:甲酸(96:4:0.6)为展开剂,展开,结果见附图。

3 比色法测定条件

3.1 测定波长的选择 精密吸取对照品液 40μl,用甲醇稀释至 10ml,以甲醇为空白对照,在 400nm~500nm 处每隔 2nm 分别测定吸光度,在 424nm 时吸光度最大。

3.2 标准曲线的绘制 精密吸取对照品溶液 10、20、30、40、50μl 于 10ml 的容量瓶中用甲醇稀释至刻度,摇匀。以甲醇为空白对照,在 424nm 处测定吸光度,具回归方程为: $A = 120.9 \times 10^{-3}c + 3.3 \times 10^{-3}$, $r = 0.9999$,姜黄素在 10μg~50μg 范围内具有良好的线性关系。

3.3 姜黄素在硅胶 G 板上洗脱率的测定 精密吸取对照品液 10、20、30、40、50μl 点于同一块备用的硅胶 G 板上,上述展开剂,展开 12cm,取出晾干,在紫外灯下画出姜黄素斑点的范围,刮取该部分硅胶置试管中,用 10ml 甲醇洗脱,过滤。以同样面积的空白硅胶按上述洗脱法制备空白液,在 424nm 处测其吸光度。测得平均洗脱率为 94.6%, $RSD = 0.52\%$

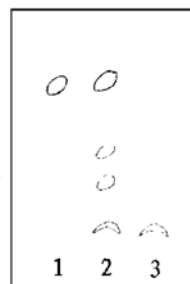
4 含量测定^[2,3]

4.1 供试品溶液的制备 取供试品成药及自拟制剂各 3 份,每份 5g,精密称定,分别置沙氏提取器中,用 60ml 甲醇加热回流至无色。用滤纸滤过提取液,用适量甲醇洗脱残渣 2 次。合并滤液和洗液,并浓缩至 50ml,摇匀即得。

4.2 精密度试验 精密吸取自拟制剂和姜黄素对照品溶液 6 份各 40μl 点于备用硅胶 G 板上,按洗脱率测定项下操作。结果 RSD 分别为 0.93%、0.60%。

4.3 稳定性试验 经考察姜黄素对照液和样品供试液在 8h 内吸光度稳定不变。

4.4 加样回收率试验 精密称取已知含量的自拟



附图 沙日嘎-4 汤中姜黄素的薄层色谱图

- 1. 姜黄素对照品溶液
- 2. 沙日嘎-4 汤供试液
- 3. 姜黄空白液

制剂(0.4496%)适量,加对照品适量,照供试品溶液制备方法制备供试液。精密吸取供试液 40 μ l,按洗脱率测定方法测定含量,计算回收率。结果见表 1。

表 1 加样回收率试验

样品量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
9.01	5.20	14.07	97.3
9.49	5.40	14.69	96.3
9.41	4.80	14.05	96.7
9.44	4.90	14.22	97.6
9.03	5.10	14.01	97.6
平均值 97.1%		RSD=0.60%	

表 2 沙日嘎-4 汤中姜黄素的测定结果(%)

样品	编号	含量	$\bar{x} \pm s$	RSD
成 药	1	0.3348	0.3351 \pm 0.0043	1.3%
	2	0.3323		
	3	0.3405		
	4	0.3288		
	5	0.3390		
	6	0.3351		
自 拟 制 剂	1	0.4366	0.4496 \pm 0.0072	1.6%
	2	0.4556		
	3	0.4502		
	4	0.4544		
	5	0.4544		
	6	0.4464		

4.5 样品含量测定 精密吸取供试品溶液 40 μ l 点于同一块备用硅胶 G 板上,展开,洗脱、测定方法如同洗脱率测定方法。结果见表 2。

5 讨论

5.1 在所选定薄层色谱条件下,薄层色谱仍有轻微拖尾或分解现象,故回收率偏低,由于回收率偏低,故标准品溶液通过薄层色谱作标准曲线,其回归方程为 $A=113.3 \times 10^{-3}c+0.1 \times 10^{-3}$, $r=0.9999$ 。

5.2 据文献^[2],光照能促进样品在薄层板上的分解,但样品在甲醇中稳定,室内放置 4h 吸光度不变。本文层离操作不避光条件下,放置 0.5h 以内用甲醇洗脱、定容对结果无影响。

参考文献

- 1 内蒙古自治区卫生厅编. 内蒙古蒙成药标准. 赤峰:内蒙古科学技术出版社,1984:265
- 2 陈建民,陈毓亨,余竞光,等. 我国姜黄属植物的研究(IV),姜黄属根茎和块根中姜黄素类化合物的含量测定. 中草药,1983,14(2):11~14
- 3 李吉来. 如意金黄散中姜黄素的含量测定. 中成药,1990,12(7):14~15

(收稿:1997-07-15)

消炎利尿胶囊中熊果甙的含量测定

高天兵 于健东 田金改

(中国药品生物制品检定所中药室 北京 100050)

消炎利尿胶囊是由熊果叶(*Artostaphylos uva-ursi* L. Spreng)、南瓜子油等组成,用于治疗急慢性膀胱炎等症。主药熊果叶中熊果甙(Arbutin,4-羟基苯酚-葡萄糖甙)具有抑菌、治疗尿路感染的作用^[1]。本文采用高效液相法对其进行了含量测定研究。本方法简便、快速、灵敏度高。

1 仪器与试剂

PE 公司 LC-250 高效液相色谱仪;Supelco 公司 C₁₈ 预处理柱;熊果甙对照品由德国提供,纯度 > 98%(归一化法);其余试剂均为分析纯。样品由德国芬克公司提供,批号为 5007、5008、5009。

2 色谱条件

Spheri-5 RP-8(5 μ , 220 \times 4.6mm) 色谱柱;流动相:甲醇-水(含)0.001M 磷酸二氢钾-磷酸氢二钠制法:分别取磷酸二氢钾 0.136g、磷酸氢二钠 0.358g,加水溶解,制成 1000ml 的溶液,即得(2:98);流速:1.0ml/min;检测波长:280nm;柱温:室温;灵敏度:0.001AUFS。

3 线性关系考察

精密称取熊果甙对照品 12mg,加 90% 甲醇溶解并稀释至 10ml 量瓶中,即为对照品溶液。分别取对照品溶液 1、2、3、4、5 μ l,注入色谱仪,测定峰面积,以进样量(μ g)为横坐标,峰面积为纵坐标,进行线性回归,其回归方程为 $Y=414812x-6355$, $r=0.9999$ 。

4 精密度考察

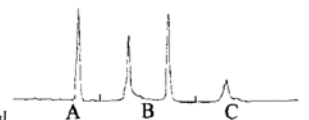
取熊果甙对照品溶液,连续进样 5 次,所得峰面积经计算其 RSD 为 0.78%。

5 加样回收试验

取样品 0.1g,精密加入对照品溶液 1ml,按样品测定项下操作,结果其平均回收率为 104.5%,RSD 为 2.44%($n=5$)。

6 空白试验

取药材适量,按样品制



备工艺制得不含熊果叶的空 附图 HPLC 色谱图
白对照,按样品测定项下同 A. 对照品 B. 样品
法制得空白对照溶液,注入 C. 空白对照