

表3 3批微囊的封装率与载药量(n=3)

Table 3 Drug Loading content and encapsulation efficiency of three batches of microcapsula (n=3)

批号	封装率/%	载药量/%
1	91.068	64.366
2	91.008	66.253
3	88.173	63.892

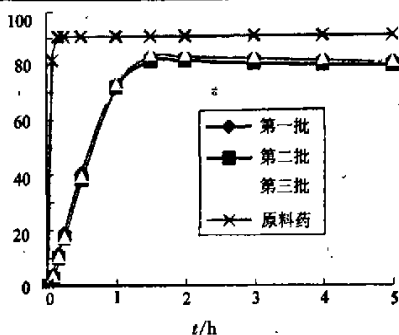


图1 灯盏花素壳聚糖-海藻酸钠微囊释药曲线

Fig. 1 Release curve of breviscapine from Breviscapine Chitosan-alginate Microcapsula

3 讨论

壳聚糖、CaCl₂ 和海藻酸钠浓度太高时,体系中

大量的带正电荷的壳聚糖分子与带负电荷的海藻酸钠急剧结合。凝聚在一起成为絮状物甚至块状物因此几乎没有生成微胶囊,浓度稀释后,溶液分散充分,颗粒之间有了空隙,从而有利于微胶囊的形成。结果表明海藻酸钠质量浓度为 25 mg/mL,氯化钙浓度为 0.2 mol/L,壳聚糖质量浓度为 2 mg/mL 比较合适。

References:

- [1] Ding C G, Ge Q H. Progress of pharmacokinetics of breviscapine [J]. *Chin J Pharm* (中国医药工业杂志), 2006, 37 (2), 137-139.
- [2] Gao H M, Wang Z M, Tian J. Pharmacokinetics and metabolites of scutellarin in normal and model rats [J]. *Acta Pharm Sin* (药理学学报), 2005, 40(11), 1024-1027.
- [3] Kari P R, Chandry T, Sharma C P. Chitosan/calcium alginate beads for oral delivery of insulin [J]. *J Appl Polymer Sci*, 1996, 59, 1795-1801.
- [4] Li S H, Hou X P. Studies on the formation mechanism of alginate-chitosan microcapsule and its drug-loading and release properties on macromolecular drug [J]. *Acta Pharm Sin* (药理学学报), 2003, 38(5), 380-383.
- [5] Xu L M, Chen G Q, Liu J N. Preparation of dexamethasone sodium phosphate chitosan-alginate microcapsules [J]. *Chin J Mod App Pharm* (中国现代应用药学), 2005, 22(3): 212-214.

麦冬药材及其提取物中甲基麦冬黄烷酮 A 和 B 的 HPLC 法测定

陈有根,戴俊东,古海峰

(北京市药品检验所,北京 100035)

摘要:目的 测定麦冬药材及其提取物中甲基麦冬黄烷酮 A(MOA)和甲基麦冬黄烷酮 B(MOB)的量,为麦冬药材及其提取物的质量控制提供科学依据。方法 采用 HPLC-UV 法测定麦冬药材和提取物中 MOA 和 MOB 的量。色谱条件:Kromasil C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:乙腈-水(55:45);体积流量:1 mL/min;检测波长:298 nm;柱温:30℃。结果 川麦冬和浙麦冬药材含 MOA 的量分别为 0.004 0%~0.009 6%、0.006 7%~0.013 4%,MOB 的量分别为 0.002 1%~0.006 2%、0.015 9%~0.028 2%;川麦冬和浙麦冬提取物中 MOA 的量分别为 0.007 5%~0.008 8%、0.011 3%~0.012 6%,MOB 的量分别为 0.003 8%~0.005 1%、0.020 7%~0.023 8%。结论 浙麦冬药材和浙麦冬提取物中 MOA 和 MOB 的量均分别高于川麦冬药材和川麦冬提取物;该方法可为麦冬药材及其提取物的质量控制提供参考。

关键词:麦冬药材;麦冬提取物;甲基麦冬黄烷酮 A;和甲基麦冬黄烷酮 B;高效液相色谱

中图分类号:R286.1

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2007)11-1640-04

Determination of methylphlopiogonanones A and B in *Radix Ophiopogonis* and its extracts by HPLC

CHEN You-gen, DAI Jun-dong, GU Hai-feng

(Beijing Institute for Drug Control, Beijing 100035, China)

Abstract; Objective To determine the contents of methylphlopiogonanone A (MOA) and methylphlopiogonanone B (MOB) in *Radix Ophiopogonis* and its extracts. **Methods** An HPLC-UV method was used for determining the contents of MOA and MOB in all samples. Analytical column was Kromasil C₁₈

收稿日期:2006-11-26

基金项目:科技部“十五”国家重大科技专项“创新药物和中药现代化”专题(2001BA701A36-3)

作者简介:陈有根(1965—),男,博士,副主任药师,研究方向为中药分析。Tel:(010)66161225 E-mail:ygchenphd@yahoo.com.cn

(250 mm×4.6 mm, 5 μ m). Mobile phase was acetonitrile-water (55 : 45) and detection wavelength was 298 nm. The flow rate of mobile phase was 1 mL/min, and temperature was 30 $^{\circ}$ C. **Results** The contents of MOA in *Radix Ophiopogonis* cropped in Sichuan and Zhejiang Provinces were 0.004 0%–0.009 6%, 0.006 7%–0.013 4%, and the contents of MOB were 0.002 1%–0.006 2%, 0.015 9%–0.028 2%, respectively. The contents of MOA in the extract of *Radix Ophiopogonis* cropped in Sichuan and Zhejiang Provinces were 0.007 5%–0.008 8%, 0.011 2%–0.012 6%, and the contents of MOB were 0.003 8%–0.005 1%, 0.020 7%–0.023 8%, respectively. **Conclusion** The contents of MOA and MOB in *Radix Ophiopogonis* cropped in Zhejiang Province and its extracts are more than those in Sichuan Province and its extracts. The method can be used for the purpose of the quality control of *Radix Ophiopogonis* and its extracts.

Key words: *Radix ophiopogonis*; the extract of *Ophiopogon japonicus* (Thunb.) Ker Gawl.; methylophiopogonanone A (MOA); methylophiopogonanone B (MOB); HPLC

麦冬来源于百合科植物麦冬 *Ophiopogon japonicus* (Thunb.) Ker-Gawl. 的干燥块根,具有养阴生津,润肺清心的功能。麦冬药材主含甾体皂苷类、高异黄酮类和糖类化合物。麦冬药材及其相关制剂质量控制研究对象主要是麦冬皂苷 D 或 B,高异黄酮的测定报道仅见生脉散制剂中高异黄酮的测定^[1]。本实验对来自四川省三台县、浙江省慈溪县两个麦冬道地产区的 20 批药材样品和分别用两种道地药材生产的 10 批提取物样品进行了甲基麦冬黄烷酮 A(MOA)和甲基麦冬黄烷酮 B(MOB)的比较,为麦冬药材及其提取物的质量控制提供参考。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪,四元泵,自动进样器,柱温箱,DAD 二极管阵列检测器,Agilent A10.02 工作站。MOA 和 MOB 均为自制对照品,质量分数均大于 98%;麦冬药材采自浙江省慈溪县(习称“浙麦冬”或“杭麦冬”)和四川省三台县(习称“川麦冬”),经笔者鉴定,均为百合科植物麦冬 *O. japonicus* (Thunb.) Ker-Gawl. 的干燥块根;麦冬流浸膏为笔者按《中华人民共和国卫生部药品标准》生脉注射液中的麦冬的处理方法处理;实验用水为超纯水,乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Kromasil C_{18} 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μ m);流动相:乙腈-水(55 : 45);体积流量:1 mL/min;检测波长:298 nm;柱温:30 $^{\circ}$ C。色谱图见图 1。

2.2 储备对照品溶液的制备:精密称取 MOA 和 MOB 对照品适量,置量瓶中,加甲醇溶解制成含 MOA 0.014 mg、MOB 0.020 mg 的储备混合对照品溶液。

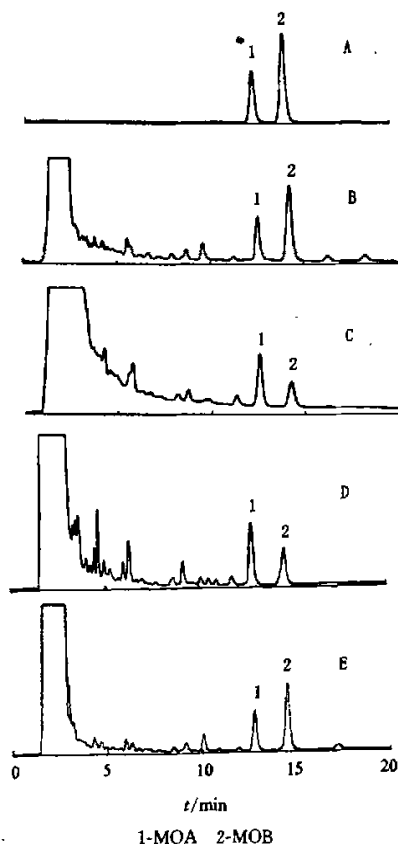


图 1 MOA 与 MOB 对照品(A)、浙麦冬药材(B)、川麦冬药材(C)、川麦冬提取物(D)和浙麦冬提取物(E)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of MOA and MOB reference substances (A), *Radix Ophiopogonis* cropped in Zhejiang (B), *Radix Ophiopogonis* cropped in Sichuan (C), extract of *Radix Ophiopogonis* cropped in Sichuan (D), and extract of *Radix Ophiopogonis* cropped in Zhejiang (E)

2.3 供试品溶液的制备

2.3.1 药材供试品溶液的制备:取药材细粉(川麦冬1g,浙麦冬0.5g),精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加甲醇50mL,称定质量,超声处理30min,放冷,用甲醇补足减失质量,摇匀,滤过,精密吸取续滤液25mL,浓缩至近干,加甲醇溶解并定容至5mL,微孔滤膜滤过,取续滤液,备用。

2.3.2 提取物供试品溶液的制备:取麦冬浸膏(川麦冬浸膏5g,浙麦冬浸膏2.5g),精密称定,置50mL量瓶中,加70%乙醇至刻度,振摇使完全溶解,制得供试品溶液,微孔滤膜滤过,取续滤液,备用。

2.4 线性关系及范围:分别精密量取储备混合对照品溶液1、2、4、6、8、10mL,置10mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,制成系列混合对照品溶液,按上述色谱条件进样。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标计算,得MOA的回归方程为 $Y=6.2339X-10.571$, $r=0.9998$,线性范围为14.42~144.20ng。MOB的回归方程为 $Y=5.5044X-15.055$, $r=0.9995$,线性范围为20.32~203.20ng。

2.5 精密度试验:取同一混合对照品溶液含MOA 0.0084mg/mL,MOB 0.012mg/mL,连续进样5次,每次10 μ L,以峰面积计算,MOA的RSD为0.67%,MOB的RSD为0.75%。

2.6 重现性试验:取同一批麦冬药材(11号药材)细粉,按供试品溶液制备方法制备5份供试品溶液,依法测定,计算得MOA的质量分数为0.0105%,RSD为1.24%;MOB的质量分数为0.0229%,RSD为1.35%。

2.7 稳定性试验:取同一份麦冬药材(11号药材)供试品溶液,分别在放置0、4、8、12、24h后进样测定,结果MOA和MOB的峰面积基本不变,RSD分别为1.10%、1.41%,表明供试品溶液在24h内稳定。

2.8 加样回收率试验:取浙麦冬药材(11号药材,其中MOA质量分数为0.0105%,MOB质量分数为0.0229%)细粉0.25g,5份,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入含MOA 0.00721mg/mL和MOB 0.01016mg/mL的混合对照品溶液5mL,制备供试品溶液,分别进样,测定,计算得MOA和MOB的回收率分别为98.71%(RSD为0.72%)、98.47%(RSD为1.00%)。

2.9 样品测定:取麦冬药材细粉和麦冬提取物,制备供试品溶液,按上述色谱条件测定峰面积,工作曲线法计算MOA和MOB质量分数,结果见表1、2。

表1 麦冬药材中甲基麦冬黄烷酮A、B测定结果($n=3$)

Table 1 Determination of MOA and MOB in *Radix Ophiopogonis* ($n=3$)

编号	产地	MOA/%	MOB/%
1	三台县光明镇6村	0.0042	0.0024
2	三台县花园镇1村	0.0063	0.0039
3	三台县灵兴镇8村	0.0040	0.0021
4	三台县花园镇7村	0.0068	0.0042
5	三台县光明镇5村	0.0096	0.0062
6	三台县老马镇2村	0.0083	0.0048
7	三台县花园镇6村	0.0049	0.0026
8	三台县永明镇4村	0.0061	0.0040
9	三台县光明镇3村	0.0061	0.0035
10	三台县刘营镇3村	0.0083	0.0053
11	慈溪县崇寿镇相公殿村	0.0105	0.0229
12	慈溪县崇寿镇傅西村	0.0102	0.0222
13	慈溪县崇寿镇崇胜村	0.0067	0.0159
14	慈溪县附海镇三北村	0.0125	0.0268
15	慈溪县崇寿镇傅福村	0.0096	0.0194
16	慈溪县崇寿镇富北村	0.0098	0.0188
17	慈溪县新铺镇荣意村	0.0128	0.0269
18	慈溪县崇寿镇六塘村	0.0103	0.0211
19	慈溪县坎墩镇五灶二大队	0.0134	0.0282
20	慈溪县崇寿镇四灶浦村	0.0106	0.0232

表2 麦冬提取物中甲基麦冬黄烷酮A、B的测定结果
(以扣除水分后的浸膏计, $n=3$)

Table 2 Determination of MOA and MOB in extracts of *Radix Ophiopogonis* (calculating based on dried extracts, $n=3$)

样品号	MOA/%	MOB/%
川麦冬提取物		
CMDEP1	0.0088	0.0051
CMDEP2	0.0083	0.0047
CMDEP3	0.0079	0.0041
CMDEP4	0.0075	0.0038
CMDEP5	0.0080	0.0041
浙麦冬提取物		
ZMDEP1	0.0112	0.0207
ZMDEP2	0.0120	0.0216
ZMDEP3	0.0113	0.0215
ZMDEP4	0.0116	0.0212
ZMDEP5	0.0126	0.0238

3 讨论

从20批药材的测定结果可以看出:两个道地产区生产的麦冬药材中MOA和MOB的量有显著差异,并且其比例关系相反,即浙麦冬中MOA与MOB的量比约为2:1,而川麦冬中MOA与MOB的量比约为1:2。这一结果是否预示两个产区的麦冬药材原植物之间存在种群差异,是否可以作为两个道地产区生产的麦冬药材的鉴别依据,有待进一步深入研究。

药材与提取物中MOA与MOB的量测定结果表明:麦冬提取物中MOA和MOB的量与对应的

原料药材中的量基本一致(对应的 HPLC 色谱图也基本一致),其原因是两种高异黄酮的极性较弱,水提醇沉并不能使它们的量得到富集提高。

MOA 可以抑制皮肤黑色素细胞分支状延伸^[2], MOA 与 MOB 具有镇咳作用,并且无中枢抑制的副作用^[3]。麦冬药材及其制剂中 MOA 与 MOB 的量是否可以作为质量控制指标,有待进一步深入研究。

References:

- [1] Zhu Y X, Yan K D, Tu G S. The chemistry research of Shenmaisan preparation (I). Determination of methylophipogonanone A and methylophipogonanone B in Shengmaisan preparation by RP-HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1988, 8(6): 343-344.
- [2] Pola C I L. Dendrite elongation inhibitor of melanocyte and skin care preparation for external use containing the asme [P]. JP: JP2004143073, 2004-05-20.
- [3] Kamei J. Antitussive agent and medicinal composition containing antitussive agent [P]. JP: JP2003327529, 2003-11-19.

山银花不同产地加工品的 HPLC 指纹图谱研究

晏永新, 钟 铁, 张小娟, 李霞兰, 王少军, 王跃生*, 杨世林

(中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西南昌 330006)

摘要:目的 建立山银花不同产地加工品 HPLC 色谱指纹图谱。方法 以水煎煮法制备供试液, 采用高效液相色谱法, 甲醇和 0.4% 磷酸溶液为流动相梯度洗脱, 紫外检测波长: 238 nm, 柱温: 30 °C, 体积流量: 1.0 mL/min。结果 分析了 5 个不同产地加工方法生产的山银花药材, 确定了 12 个共有峰, 可作为其指纹特征。结论 所建立的指纹图谱具有稳定、重现的特点, 为全面控制山银花不同产地加工品的质量提供了依据。

关键词:山银花; 高效液相色谱; 指纹图谱

中图分类号: R286.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2007)11-1643-03

HPLC Fingerprint of processing *Flos Loniceræ* from different habitats

YAN Yong-xin, ZHONG Tie, ZHANG Xiao-juan, LI Xia-lan,

WANG Shao-jun, WANG Yue-sheng, YANG Shi-lin

(National Pharmaceutical Engineering Center for Solid Preparation in Chinese Materia Medica, Nanchang 330006, China)

Key words: *Flos Loniceræ*; HPLC; fingerprint

山银花为忍冬科植物灰毡毛忍冬 *Lonicera macranthoides* Hand.-Mazz.、红腺忍冬 *L. hypoglauca* Mig. 或华南忍冬 *L. confusa* DC. 的干燥花蕾或带初开的花。山银花在我国南北各地均有分布, 具有清热解毒、凉散风热之功效^[1], 同时山银花还是重要的化工原料和优良饮品原料^[2]。山银花主要含绿原酸、异绿原酸、三萜类、黄酮类物质, 另外还含有少量的忍冬苷、肌醇、皂苷、挥发油等成分^[3,4]。不同产地加工方法对山银花中化学成分影响很大^[5]。为了进一步探讨其内在规律和控制质量, 本研究采用高效液相色谱法建立了山银花药材不同产地加工品的 HPLC 指纹图谱分析方法。

1 实验材料

岛津 LC-VP 系列高效液相色谱仪, SPD-M10Avp 检测器(PDA), LC-IOATvp 串联双柱塞

泵, SIL-10Aadv 自动进样器, CT0-10ASvp 柱温箱), CLASS-VP 工作站; BS2000S 电子天平(北京赛多利斯天平有限公司); KQ-250 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110753-200212), 甲醇(色谱纯), Millipore 蒸馏水, 磷酸(分析纯)。

山银花由贵州飞龙雨制药有限公司提供, 经江西中医学院龚千锋教授鉴定为灰毡毛忍冬花蕾, 见表 1。

表 1 样品产地和加工方法

Table 1 Habitats and processing methods of *Flos Loniceræ*

编号	加工方法	产地
1	蒸气脱水生产	安龙
2	机械化生产	安龙
3	机械化炒干生产	安龙
4	土法蒸后烘干生产	贞丰
5	强制通风干燥生产	安龙

收稿日期: 2007-02-28

作者简介: 晏永新(1980—), 男, 江西新余人, 在职研究生, 主要从事中药有效部位制剂的研究开发工作。

Tel: (0791)7119650 E-mail: yyx210@163.com

* 通讯作者 王跃生 Tel: (0791)7119658 E-mail: wys@jzjt.com

麦冬药材及其提取物中甲基麦冬黄烷酮A和B的HPLC法测定

作者: 陈有根, 戴俊东, 古海峰, CHEN You-gen, DAI Jun-dong, GU Hai-feng
作者单位: 北京市药品检验所, 北京, 100035
刊名: 中草药 ISTIC PKU
英文刊名: CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS
年, 卷(期): 2007, 38(11)
被引用次数: 2次

参考文献(3条)

1. Zhu Y X;Yan K D;Tu G S The chemistry research of Shenmaisan preparation (II).Determination of methylophiopogonanone A and methylophiopogonanone B in Shengmaisan preparation by RP-HPLC 1988(06)
2. Pola C I I Dendrite elongation inhibitor of melanocyte and skin care preparation for external use containing the asme 2004
3. Kamei J Antitussive agent and medicinal composition containing antitussive agent 2003

本文读者也读过(10条)

1. 李敬安. 张兴国. 张琨 生态环境对麦冬种质资源影响的研究[期刊论文]-安徽农业科学2008, 36(19)
2. 唐建阳. 陈菁瑛. 苏海兰. 黄颖桢. 黄玉吉. TANG Jian-yang. CHEN Jing-ying. SU Hai-lan. HUANG Ying-zhen. HUANG Yu-ji 不同基源和产地麦冬无机元素比较研究[期刊论文]-福建农业学报2009, 24(6)
3. 梅. 孟勤. 尹建元. 陶婵娜. 郭浩然. 邢瑞 HPLC法测定麦冬须根中甲基麦冬黄烷酮A、B的含量[会议论文]-2007
4. 杨文双. 陈家春 湖北麦冬的研究及展望[期刊论文]-时珍国医国药2006, 17(10)
5. 麦冬质量控制技术的研究[期刊论文]-安徽农业科学2009, 37(33)
6. 白晶. 于治国. BAI Jing. YU Zhi-guo 麦冬的HPLC指纹图谱分析方法研究[期刊论文]-中成药2007, 29(1)
7. 王庆慧. 李铤. 王金辉. Wang Qinghui. Li Xian. Wang Jinhui 麦冬化学成分研究[期刊论文]-中国现代中药2009, 11(11)
8. 范文秀. 冯晨. FAN Wenxiu. FENG Chen 不同产地麦冬中锌、铜、锰、铁的比较研究[期刊论文]-广东微量元素科学2006, 13(11)
9. 周一峰. 戚进. 朱丹妮. 余伯阳. ZHOU Yi-Feng. QI Jin. ZHU Dan-Ni. YU Bo-Yang 麦冬须根高异黄酮类成分及其清除氧自由基作用[期刊论文]-中国天然药物2008, 6(3)
10. 张林碧. 罗勇. 韩黎. 王华清. 张海英. Zhang Linbi. Luo Yong. Han Li. Wang Huaqing. Zhang Haiying 湖北地产麦冬、湖北麦冬和短葶山麦冬的SDS-PAGE研究[期刊论文]-中国药师2010, 13(7)

引证文献(2条)

1. 刘江. 陈兴福. 杨文钰. 张树平. 杜刚. 刘卫国 川产麦冬野生资源HPLC指纹图谱及化学模式识别研究[期刊论文]-中草药 2010(11)
2. 刘江. 陈兴福. 杨文钰. 刘卫国. 蒋涛 川麦冬野生种质资源色谱特征图谱的建立及其系统聚类分析[期刊论文]-中国中药杂志 2010(20)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200711014.aspx