

min,然后置冷水浴中冷却 30 min^[3],随行空白,在 490 nm 波长处测定吸光度,得回归方程为: $C=143.85A-1.13$, $r=0.9995$

2.3.3 样品的制备:按表 5、6 的设计,精取相当于 5 g 白术的水提液,在平行条件下浓缩至 20 mL,分别加 5% ZnSO₄ 约 2 mL 与饱和 Ba(OH)₂ 溶液约 8 mL,以沉淀蛋白等杂质,振摇静置,上清液加几滴 Ba(OH)₂ 溶液,直至沉淀产生,滤入 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度^[4]。

2.3.4 结果:各正交实验组的白术多糖含量见表 6 其方差分析结果见表 7

表 7 方差分析表

方差来源	离均差平方 方积 (SS)	自由度 (ν)	方差 (MS)	F 值	P
A	0.194 3	2	0.097 1	785.04	<0.01
B	0.211 8	2	0.105 9	855.84	<0.01
C	0.006 8	2	0.003 4	27.655	<0.01
D	0.440 1	2	0.220 1	1778.1	<0.01
误差	0.003 3	27	0.000 1		
总变异	0.856 4				

$F_{0.05}(2,29)=3.33, F_{0.01}(2,29)=5.42$

结果表明:白术等 6 味药物的水提工艺优选 A3B3C1D3

3 讨论

胃安冲剂的制备工艺中水提醇沉部分选择厚朴酚作为定量检测指标,是因为厚朴为方中君药,具有行气除满之功,适用于里实气滞之证,可以治疗胃动力低下等症,其有效成分之一厚朴酚已有测定其含量的大量报道,实验条件成熟,故选择其作为衡量制剂有效成分的控制指标之一。

水提部分选择白术多糖作为定量检测指标,是因为白术为方中臣药,具有健脾运脾之功效,而其水溶性成分白术多糖具有重要生理活性,测定方法简便可靠

黄连有清胃热,健脾胃的作用,故选择盐酸小檗碱作为控制制剂有效成分的另一指标

通过成选胃安冲剂的制备工艺,提高了该制剂有效成分的得率,保证了其内在质量

参考文献:

[1] 寇俊萍,宣圆圆,严永清.影响厚朴三物汤厚朴含量因素的初步研究[J].中成药,2001,23(6):410-403.
[2] 常增荣,周富荣.高效液相色谱法测定保济丸中厚朴酚及和厚朴酚含量[J].中国中药杂志,1995,20(10):605.
[3] 储秋萍.壳聚糖用于黄芪口服液澄清的工艺探讨[J].中成药,1998,20(12):2-3.
[4] 陈柳蓉,邵青,陆蕴.白术及炮制品的多糖含量测定[J].中成药,1997,28(4):214-215.

HPLC法测定姜黄、郁金、广西莪术中姜黄素的含量

戚爱棣*

(天津中医学院 中药系,天津 300193)

摘要:目的 测定不同产地姜黄、郁金、广西莪术中姜黄素的含量。方法 采用超声提取法,色谱柱 Supelcosil™ LC18柱(5μm,4.6mm×250mm),流动相为甲醇-异丙醇-0.5%醋酸溶液(19:25:56),流速 0.6 mL/min,测定波长 420 nm,柱温 35℃。结果 姜黄素在 14~56μg 范围内线性关系良好($r=0.9995$),平均回收率 99.82%,RSD 为 1.57%。结论 本法准确、快速,为控制中药原料药姜黄、郁金、莪术的内在质量提供了依据。
关键词:姜黄;郁金;广西莪术;姜黄素;HPLC
中图分类号:R286.02 文献标识码:B 文章编号:0253-2670(2002)06-0510-03

Analysis of curcumin in *Curcuma longa*, *C. wenyujin*, *C. kwangsiensis* by HPLC

QI Ai-di

(Department of Chinese Materia Medica, Tianjin College of TCM, Tianjin 300193, China)

Key words *Curcuma longa* L.; *C. wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling; *C. kwangsiensis* S. G. lee et C. F. Liang; curcumin; HPLC

姜黄、郁金、广西莪术属姜科植物,其根、茎中的主要活性物质为姜黄素、脱甲氧基姜黄素、双脱甲氧

基姜黄素^[1]。现代药理研究表明姜黄素具有抗炎、抗菌、抗肿瘤、降血脂、降压、保肝、护肝等多种功能的

* 收稿日期: 2001-10-20
基金项目: 天津市科委重大科技攻关基金项目

药用价值和保健作用^[2]。本实验以姜黄素为测定指标,采用 HPLC法对姜黄、郁金、广西莪术中姜黄素的提取方法进行了优选并测定了姜黄素的含量。

1 仪器与试药

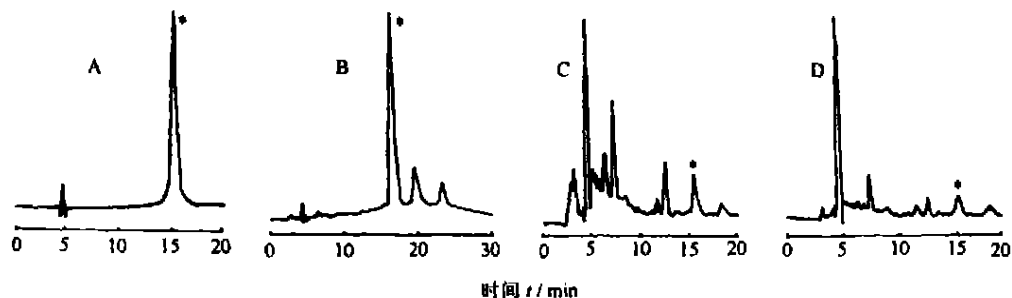
HP1100 高效液相色谱仪, G1311A 四元泵, 1314A-UV 可变波长检测器, HP Rev. A. 0501 化学工作站

甲醇、异丙醇为色谱纯,水为双蒸水,甲醇、冰醋酸为分析纯,姜黄素对照品(中国药品生物制品检定

所,批号为: 0823-9802),姜黄 *Curcuma ionga* L. 郁金 *C. wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling 广西莪术 *C. kwangsiensis* S. G. Lee et C. F. Liang 药材购自河北安国、四川秀山及福建建阳。

2 实验方法

2.1 色谱条件: 色谱柱 SupelcosilTM LC18 柱 (5 μ m, 4.6 mm $\times$ 250 mm), 流动相: 甲醇-异丙醇-0.5% 醋酸溶液 (19: 25: 56), 流速 0.6 mL/min, 测定波长 420 nm, 柱温 35 $^{\circ}$ C。HPLC 色谱图见图 1



A 姜黄素对照品 B 姜黄 C 广西莪术 D 郁金 * 姜黄素

图 1 HPLC 图

2.2 样品供试液的制备: 精密称取姜黄、郁金、广西莪术粉末(过 60 目筛)各 0.2 g, 60 $^{\circ}$ C 烘箱中干燥 4 h, 加入甲醇 10 mL, 超声振荡 1 h, 离心, 取上清液, 再加入甲醇 40 mL 浸泡 4 h, 合并 2 次上清液, 减压回收溶剂, 残留物用甲醇溶解, 转移至 10 mL 容量瓶中, 加甲醇定容至刻度。郁金、广西莪术用 0.45 μ m 的微孔滤膜过滤, 备用。姜黄取 1 mL 于 10 mL 容量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 用 0.45 μ m 的微孔滤膜过滤, 备用。各样品均取 10 μ L 进样, 记录色谱图。

2.3 标准曲线的制备: 精密称取 3.5 mg 姜黄素对照品, 置于 25 mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并定容至刻度, 制成对照品溶液。精密量取 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0 mL 分别置于 10 mL 容量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 摇匀, 用 0.45 μ m 的微孔滤膜过滤, 各取 10 μ L 进样, 测定。各浓度相应的峰面积经统计处理, 求得回归方程为: $Y = 8.012387X - 19.005291$, $r = 0.9995$ 。进样量在 14~56 μ g 范围内线性关系良好。

2.4 精密度试验: 精密吸取对照品 10 μ L, 连续进样 6 次, 峰面积 RSD 为 1.36%。

2.5 重现性试验: 精密吸取同一批姜黄药材样品 6 份, 按样品供试液的制备方法平行操作, 各取 10 μ L 进样, 测定, 峰面积 RSD 为 1.68%。

2.6 稳定性试验: 取对照品溶液, 按不同浓度, 每隔 30 min 进样, 连续 3 h。结果 3 h 内峰面积积分值稳

定, RSD 为 1.42%。

2.7 加样回收率实验: 精密称取等量同一批姜黄药材粉末 6 份, 分别加入对照品适量, 按样品制备方法操作, 各取 10 μ L 进样, 测定, 平均回收率为 99.28%, RSD 为 1.57%。

2.8 样品测定: 精密称取姜黄、郁金、广西莪术粉末适量, 按 2.2 中样品供试液的制备方法进行姜黄素的含量测定, 结果见表 1。

表 1 不同产地药材中姜黄素的含量测定 ($n = 4$)

品名	产地	姜黄素含量 (mg/g)	RSD (%)
姜黄	河北安国	12.26	2.52
	四川秀山	28.13	2.14
	福建建阳	39.54	2.25
郁金	河北安国	0.51	2.01
	四川秀山	0.74	2.36
	福建建阳	0.46	1.97
广西莪术	河北安国	1.57	2.43
	四川秀山	1.72	1.32
	福建建阳	1.38	2.19

3 讨论

3.1 流动相的选择: 曾比较了不同体系和比例的流动相, 如四氢呋喃-水、乙腈-水、甲醇-水、甲醇-异丙醇-水, 结果以甲醇-异丙醇-0.5% 醋酸溶液为流动相时姜黄素分离效果最好。

3.2 检测波长的选择: 姜黄素在 190~800 nm 范围内作光谱扫描, 最大吸收波长有 2 个, 分别为 254, 420 nm, 由于 420 nm 处干扰少, 故选择 420 nm

为姜黄素的检测波长

3.3 提取溶剂的选择: 分别选用甲醇、乙醇、乙醚、乙酸乙酯、丙酮为溶剂,进行超声提取,以姜黄素峰面积为指标,结果表明甲醇的提取效果最好,故选用甲醇为提取溶剂

3.4 提取方法的选择: 精密称取姜黄药材粉末 4 份,取甲醇适量,分别进行水浴回流、Sохhlet 提取、超声提取、冷浸。结果表明超声提取效果最好,故选

用超声提取法

3.5 从样品测定的结果可知,姜黄素主要存在于姜黄中。不同产地的姜黄、郁金、广西莪术中姜黄素的含量差别较大,因此需对药材质量进一步规范。

参考文献:

- [1] 吴伟志,袁翠美.姜黄素的高效液相色谱分析[J].中国野生植物资源,1996,18(3): 56-57.
[2] 李吉来,于留荣.双波长薄层扫描法测定姜黄中总姜黄素类含量[J].湖南中医学院学报,1996,16(3): 57-59.

HPLC法测定清泻丸中黄芩苷的含量

丘文珍*

(广州中药一厂,广东 广州 510140)

清泻丸由大黄、黄芩等中药组成,为了控制产品质量,本实验对黄芩中的黄芩苷含量进行了测定。

1 仪器与试剂

1.1 仪器: Agilent 1100 series液相色谱仪,MODEL HN 1006超声波清洗机。

1.2 试药: 黄芩苷对照品(卫生部生物制品检定所),超纯水,甲醇为色谱纯,磷酸为分析纯,清泻丸为本厂产品

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 Hypersil ODS C₁₈柱(4.6 mm×250 mm, 5μm),流动相为甲醇-水-磷酸(46:53.8:0.2),流速为 0.8 mL/min,检测波长为 280 nm,柱温为 40℃。在该色谱条件下,黄芩苷的保留时间约为 7.9 min,理论塔板数不少于 8 000

2.2 实验溶液的制备

2.2.1 黄芩苷对照品储备溶液: 精密称定黄芩苷对照品 9.1 mg,用 50% 甲醇溶液超声溶解并定容至 100 mL,摇匀,即得。

2.2.2 样品溶液: 取清泻丸 5 g,粉碎,精密称定 0.25 g,置 50 mL容量瓶中,加 50% 甲醇适量,超声 30 min,冷却,定容至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,取续滤液,即得。

2.2.3 阴性样品溶液: 按处方制备不含黄芩药材的样品,同法制成阴性样品溶液,备用。

2.3 方法可行性考察: 取阴性样品、样品溶液和黄芩苷对照品溶液,在上述色谱条件下进样 5μL,结

果阴性样品对黄芩苷的测定无干扰。

2.4 标准曲线的制备: 分别精密吸取对照品储备液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL置 10 mL容量瓶中,用 50% 甲醇溶液定容至刻度,摇匀。按上述色谱条件,各进样 5μL,测定黄芩苷峰面积,以黄芩苷进样量 X (μg)为横坐标,峰面积 Y 为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程: $Y=17.297X-19.11(r=0.9997)$ 。结果表明,黄芩苷进样量在 0.091~0.456μg范围内,峰面积与进样量呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 5μL,重复进样 5次,结果黄芩苷峰面积的 $RSD=0.78\%$ 。

2.6 重现性试验: 取 5份样品(批号 0046),依法处理后,进样 5μL,测定,计算黄芩苷的含量,结果平均含量为 1.12%, $RSD=1.63\%$ 。

2.7 稳定性试验: 精密吸取新配制的样品溶液,按样品测定方法每隔 2 h进样测定 1次,共测定 6次,结果黄芩苷含量的 $RSD=1.31\%$,表明样品溶液在 10 h内稳定。

2.8 回收率试验: 精密称取已知黄芩苷含量的样品 5份,分别加入一定量的黄芩苷对照品,按 2.2.2项下方法处理后,进样 5μL,依法测定,计算黄芩苷回收率,结果平均回收率为 102.1%, $RSD=2.1\%$ 。

2.9 样品测定: 取 3个批号样品,分别按 2.2.2项下方法处理后,进样 5μL,依法测定,按外标峰面积法计算黄芩苷的含量,结果分别为 1.33%, 1.121%, 1.112%。

* 收稿日期: 2001-08-27

作者简介: 丘文珍(1974-),女,助理工程师,从事中药质量分析工作。Tel (020) 81833751, 81940767