

图 1 葫芦素 B(A)和葫芦素滴丸(B)HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of cucurbitacin B (A) and Hulusu Dropping Pill (B)

2.6 线性关系考察:取葫芦素 B 对照品约 25 mg,精密称定,置 100 mL 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 2, 3, 4, 5, 6 mL 置 10 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。分别取 20 μ L 注入液相色谱仪,记录峰面积积分值,以浓度为横坐标,积分值为纵坐标,进行计算,得到回归方程为 $Y = 13\,518X - 11\,634$, $r = 0.999\,5$ 。结果表明:葫芦素 B 浓度在 50~ 150 μ g/mL 时与峰面积线性关系良好。

2.7 精密度试验:取供试品溶液,连续进样 5 次,葫芦素 B 峰面积的 $RSD = 0.32\%$,表明分析结果的精密度良好。

2.8 稳定性试验:取供试品溶液在 0, 2, 4, 6, 8 h 时测定,结果葫芦素 B 峰面积的 $RSD = 1.0\%$,表明供试品的溶液在 8 h 内稳定。

2.9 重现性试验:对同一批样品,分别取样 6 份,测定,结果葫芦素 B 的平均含量为 0.100 5 mg/丸, $RSD = 0.60\%$,重现性符合要求。

2.10 回收率测定:采用加入法考察了方法的回收率。取已准确测定含量的样品 15 粒,置 25 mL 量瓶

中,加入葫芦素 B 对照品 1.5 mg,用流动相溶解并稀释至刻度,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,取续滤液测定。结果平均加样回收率为 99.4%, $RSD = 1.16\%$ ($n = 6$)。

2.11 样品测定:测定了 6 批样品,结果见表 1。由结果可知,本品的生产工艺较稳定。

表 1 葫芦素滴丸中葫芦素 B 的含量测定结果($n = 3$)

Table 1 Determination of cucurbitacin B in Hulusu Dropping Pill ($n = 3$)

批 号	葫芦素 B/(mg $\cdot$ 丸 $^{-1}$)
020201	0.100 8
020202	0.101 3
020203	0.100 0
020204	0.099 9
020205	0.101 7
020206	0.100 9

3 讨论

3.1 聚乙二醇 4 000 对测定无影响,可将样品直接溶解后进样测定。

3.2 考察了不同牌号色谱柱对分离的影响,如 Inersil ODS 柱(4.6 mm $\times$ 250 mm)、Hibar ODS (4.6 mm $\times$ 250 mm),均获得了与 Vercopak ODS 柱十分相似的分离效果。另外,流动相组成的浓度改变($\pm 2\%$)对分离效果基本无影响。

3.3 与已报道的方法作对比试验,本方法具有分离效果好,检测灵敏度高(最小检出量为 0.02 μ g)及重现性好的特点。

References:

- [1] Drug Specifications Promulgated by Ministry of Public Health PRC (中华人民共和国卫生部药品标准) [S]. WS₃-B-3711-98.
- [2] Zhao M. Assay and test for content uniformity of Hulusu Tablet by HPLC [J]. Chin J Pharm Anal (药物分析杂志), 1991, 11 (4): 244.
- [3] Huang L Q, Yao S T. Determination of cucurbitacin B in *Trichosanthes hupdensis* by HPLC [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 1994, 25(10): 555.

HPLC 法测定辛夷鼻炎丸中升麻苷和 5-O-甲基维阿米醇苷的含量

丘文珍*

(广州中一药业有限公司,广东 广州 510140)

辛夷鼻炎丸由鹅不食草、鱼腥草、防风等中药组成,具有祛风清热、消炎解毒之功能,用于治疗鼻炎(包括过敏性鼻炎、慢性鼻炎等),神经性头痛,感冒

流涕,鼻塞不通等。该制剂原质量标准只对鹅不食草、鱼腥草进行了薄层鉴别,为了进一步控制其质量,本实验对防风中的升麻苷与 5-O-甲基维阿米醇

苷含量^[1]进行了测定。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 series 液相色谱仪 (Agilent 1100 化学工作站, 二极管阵列检测器), MODEL HN1006 超声波清洗机 (中国华南超声设备厂)。

升麻苷 (批号: 1522-200001)、5-*O*-甲基维阿米醇苷 (批号: 1523-200001) 对照品由中国药品生物制品检定所提供, 超纯水, 甲醇为色谱纯与分析纯, 辛夷鼻炎丸为本公司产品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Hypersil ODS 柱 (5 μm, 4.0 mm × 250 mm), 流动相为甲醇-水 (4: 6), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 254 nm, 柱温为 45 °C。在该色谱条件下, 升麻苷的保留时间约为 4.1 min, 理论塔板数不少于 4 000; 5-*O*-甲基维阿米醇苷的保留时间约为 9.4 min, 理论塔板数不少于 8 000。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液: 精密称定升麻苷对照品 2.93 mg 和 5-*O*-甲基维阿米醇苷对照品 2.795 mg, 用甲醇溶解并定容为 50 mL, 摇匀, 即得 (每毫升溶液含升麻苷 58.6 μg 和 5-*O*-甲基维阿米醇苷 55.9 μg)。

2.2.2 样品溶液: 精密称取辛夷鼻炎丸粉末 2 g, 置 50 mL 容量瓶中, 加甲醇适量, 浸过夜后, 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: 按处方制备不含防风药材的样品, 同法制成阴性样品溶液, 备用。

2.3 方法可行性考察: 取阴性样品溶液、样品溶液和对照品溶液, 在上述色谱条件下进样 3 μL, 结果见图 1。可知阴性样品对升麻苷和 5-*O*-甲基维阿米醇苷测定无干扰。

2.4 标准曲线的制备: 精密吸取对照品溶液, 各进样 1, 2, 3, 4, 5 μL, 测定升麻苷和 5-*O*-甲基维阿米醇苷的峰面积, 以升麻苷和 5-*O*-甲基维阿米醇苷的进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 分别得回归方程。升麻苷: $Y = 1.779\ 65X + 0.226\ 634$ ($r = 0.999\ 96$); 5-*O*-甲基维阿米醇苷: $Y = 2.074\ 31X + 1.506\ 16$ ($r = 0.999\ 96$)。线性范围: 升麻苷 0.058 6~0.293 0 μg; 5-*O*-甲基维阿米醇苷为 0.055 9~0.278 5 μg。

2.5 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 3 μL, 重复进样 5 次, 测定各成分的峰面积, 计算, 结果升麻苷的 $RSD = 0.73\%$, 5-*O*-甲基维阿米醇苷的 $RSD = 0.86\%$ 。

2.6 重现性试验: 精密称取同一批样品 5 份, 按

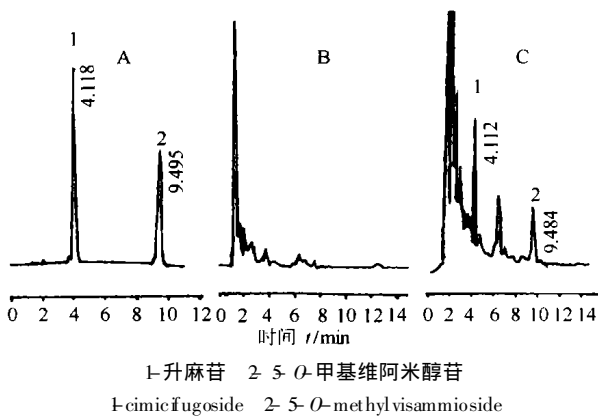


图 1 对照品 (A)、阴性样品 (B) 和辛夷鼻炎丸 (C) HPLC 图
Fig. 1 HPLC chromatograms of reference substances (A), negative solution (B) and Xinyi Biyan Pill (C)

2.2.2 项下方法平行操作, 各取 3 μL 进样, 测定, 计算得升麻苷的平均含量为 1.026 mg/g, $RSD = 1.35\%$; 5-*O*-甲基维阿米醇苷的平均含量为 0.768 mg/g, $RSD = 1.62\%$ 。

2.7 稳定性试验: 精密吸取新配制的样品溶液, 每隔 2 h 进样测定 1 次, 共测定 5 次, 结果升麻苷含量的 $RSD = 0.63\%$, 5-*O*-甲基维阿米醇苷含量的 $RSD = 0.71\%$, 表明样品溶液在 8 h 内稳定。

2.8 回收率试验: 精密称取已知升麻苷和 5-*O*-甲基维阿米醇苷含量的样品 5 份, 分别加入一定量的升麻苷与 5-*O*-甲基维阿米醇苷对照品, 按 2.2.2 项处理后, 进样 3 μL, 依法测定, 计算得升麻苷平均回收率为 102.1%, $RSD = 1.3\%$; 5-*O*-甲基维阿米醇苷回收率为 103.1%, $RSD = 1.7\%$ 。

2.9 样品测定: 取 3 个批号样品, 每批样本数 $n = 3$, 分别按 2.2.2 项处理后, 进样 3 μL, 依法测定, 按外标峰面积法计算升麻苷和 5-*O*-甲基维阿米醇苷的含量, 结果见表 1。

表 1 辛夷鼻炎丸中升麻苷和 5-*O*-甲基维阿米醇苷含量测定 ($n = 3$)
Table 1 Content of cimicifugoside and 5-*O*-methylvisammioside in Xinyi Biyan Pill ($n = 3$)

批 号	升麻苷/(mg·g ⁻¹)	5- <i>O</i> -甲基维阿米醇苷/(mg·g ⁻¹)
E00081	1.019	0.768
E00077	0.970	0.706
EF0003	0.870	0.648

3 讨论

3.1 经多种比例流动相选择^[2], 甲醇-水 (4: 6) 能消除干扰, 使样品中的升麻苷和 5-*O*-甲基维阿米醇苷的分离度好, 峰形尖锐, 较对称, 不拖尾。

3.2 经加样回收试验及精密度试验, 认为该 HPLC 法不经分离, 直接测定其中的升麻苷和 5-*O*-甲基维

阿米醇苷的含量,方法简便快速,结果可靠,可作为辛夷鼻炎丸的质量控制方法。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol I .
[2] Chen F K. *Determination of Active Composition in Common Traditional Chinese Medicine* (常用中草药有效成分含量测定) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1997.

中药辛夷质量标准研究 ——比色法测定辛夷中总黄酮的含量

王 琪,李洪玲*

(石河子大学药学院,新疆 石河子 832002)

挥发油是中药辛夷中主要有效成分之一,并且也一直作为辛夷生药的质量控制指标,《中华人民共和国药典》2000 年版又把木兰脂素作为辛夷生药的另一质量控制指标,但一些成药和制剂对辛夷的成分一直没有可靠的质量控制指标。辛夷除了含挥发油、木脂素外,还有黄酮类、生物碱及萜类成分^[1]。现代药理实验表明^[2],辛夷的醇提物具明显的抑菌、扩张血管、降血压及对血小板聚集和血栓形成起抑制作用等药理活性,而仅以挥发油或木脂素作为质量控制指标,不够全面,因此有必要通过多指标综合分析该类药材的质量。为此我们建立了比色法测定辛夷中总黄酮含量方法,并对该方法进行了考察,该法简便、快速、稳定性较好,可用于辛夷中总黄酮的测定。

1 材料、仪器和试剂

自西安市万寿路药材市场购得多份辛夷药材,分别为望春玉兰 *Magnolia biondii* Pamp.、武当玉兰 *M. sprengeri* Pamp. 的花蕾;自西安市植物园采得玉兰 *M. denudata* Desr. 的花蕾。以上材料均经西安交通大学药学院生药室李映丽教授鉴定。将材料阴干,粉碎,过 3 号筛备用。

752 型紫外光栅分光光度计(上海第三分析仪器厂),TG328B 型光学分析天平(上海天平仪器总厂),电热恒温水浴锅(北京长安科技仪器厂)。

芦丁对照品(0080-9705)由中国药品生物制品检定所提供,所用试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 对照品、供试品溶液的制备^[3]

2.1.1 对照品溶液制备:精密称取芦丁 10.26 mg,

用甲醇定容于 10 mL 容量瓶中,精密吸取 5 mL 置 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得 0.102 6 mg/mL 对照品贮备液。

精密吸取对照品溶液 1 mL 置 25 mL 容量瓶中,加入蒸馏水 8 mL;加入 5% 亚硝酸钠 0.5 mL,放置 6 min;加入 1% 硝酸铝溶液 1 mL,放置 6 min;加入 4% 氢氧化钠溶液 8 mL,用蒸馏水定容至刻度,摇匀,备用。

2.1.2 供试品溶液制备:精密称取 5 g 辛夷药材粉末置索氏提取器中,加石油醚 120 mL,加热回流至提取液无色,放冷,弃去石油醚液,残渣加甲醇 40 mL,加热回流 4.5 h(经考察黄酮类物质已提取完全),提取液过滤,置 50 mL 容量瓶中,以甲醇定容至刻度,精密吸取 1 mL 于 25 mL 的容量瓶中,依 2.1.1 项下方法显色,备用。

2.2 检测波长的选择:取对照品、供试品溶液适量,于 400~600 nm 波长扫描。对照品溶液与供试品溶液在 510 nm 处均有最大吸收,故确定 510 nm 为检测波长。

2.3 线性关系的考察:精密吸取对照品贮备液 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0 mL,按 2.1.1 项下方法显色,放置 15 min,用空白作对照,在 510 nm 处测定。以吸光度值为纵坐标,浓度为横坐标进行回归,得方程 $Y = 2.86X + 0.0437$, $r = 0.9975$ 。线性范围为 4.104~32.83 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.4 重复性试验:精密称取 5 份望春玉兰药材样品适量,制备供试液测定,吸光度值的 RSD 为 2.23%。

2.5 稳定性试验:精密称取望春玉兰药材样品适

* 收稿日期:2002-09-18

作者简介:王 琪(1968—),男,新疆石河子人,硕士学位,讲师,从事天然药物的资源调查及开发利用。

Tel: (0993) 2057159 E-mail: wangqi681015@163.com