

OA> Azone, Azone 的促渗作用呈浓度相关性。PG 的促渗效果不随浓度的升高而增强,处方中高浓度的 OA 反而会抑制青蒿素的透皮吸收。促渗剂配伍使用时,并不是每个促渗剂最佳配比的简单加和,而是需要通过试验筛选出最佳配比。

参考文献

- [1] 叶祖光. 青蒿素类抗疟药研究二十年[J]. 国外医学: 中医中药分册, 1995, 17(5): 3-7.
- [2] 杨耀芳. 青蒿素及其衍生物的药理作用和临床作用[J]. 中国临床药理学杂志, 2003, 12(4): 253-257.

- [3] 梁秉文. 经皮给药制剂[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1992.
- [4] 陆彬. 药物新剂型与新技术[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1998.
- [5] 曾美怡, 赵世善. 青蒿素分析中的各种定量反应[J]. 药物分析杂志, 1986, 6(3): 183-185.
- [6] 汪文来. HPLC 法测定类风湿胶囊中青蒿素的含量[J]. 中国中医基础医学杂志, 2003, 9(12): 43-47.
- [7] 曾爱国, 程秀云, 王云彩, 等. 渗剂对盐酸小檗碱体外经皮渗透的影响[J]. 西安交通大学学报: 医学版, 2004, 25(4): 359-365.

(收稿日期 2009-01-16)

HPLC 法测定独一味中类叶升麻苷

刘 婕¹, 许 浚², 张铁军^{2*}

(1. 天津中医药大学研究生部, 天津 300193; 2. 天津药物研究院 现代中药研究部, 天津 300193)

摘要:目的 建立藏药独一味中类叶升麻苷的测定方法。方法 采用 HPLC 法。色谱条件: Diamonsil C₁₈ 色谱柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm); 以乙腈-甲醇-1%醋酸水溶液(10:15:75)为流动相; 体积流量为 1.0 mL/min; 柱温 35℃; 检测波长 334 nm。结果 类叶升麻苷在 0.227 2~1.363 2 μg 呈良好的线性关系, $r=0.999\ 2$, 加样回收率、精密度、稳定性和重现性试验结果均符合要求。结论 该方法专属性强、灵敏度高、精确度与重现性好, 适用于独一味中类叶升麻苷的测定。

关键词: 独一味; 类叶升麻苷; HPLC 法

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 1674-5515(2009)03-0166-03

Determination of acteoside in *Lamiophlomis rotata* by HPLC

Liu Jie¹, Xu Jun², Zhang Tie-jun²

(1. Department of Graduate Student, Tianjin University of Chinese Medicine, Tianjin 300193, China; 2. Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Department of Traditional Medicine Modern Research, Tianjin 300193, China)

Abstract: **Objective** To establish the method for determination of acteoside in *Lamiophlomis rotata* (Benth.) Kudo. **Methods** Acteoside was determined by the HPLC with Diamonsil C₁₈ column, the mobile phase consisted of acetonitrile-methanol-1% acetic acid(10:15:75), flow rate of 1.0 mL/min, UV detection wavelength of 334 nm, and column temperature of 35℃. **Results** This method was linear over ranges of 0.227 2~1.363 2 μg ($r=0.999\ 2$) for acteoside. The results of tests for the average recovery, precision, stability, and repeatability accord with the requirements. **Conclusion** This method is special, sensitive, accurate, and having good repeatability, and can be used for the quality analysis of phenylethanoid glycosides in *L. rotata*.

Key words: *Lamiophlomis rotata* (Benth.) Kudo; acteoside; HPLC

独一味为唇形科独一味属植物独一味 *Lamiophlomis rotata* (Benth.) Kudo 的干燥全草, 是藏族习用药材, 性味甘、苦、平, 具有活血止血、祛风止痛等功效, 用于跌打损伤、外伤出血、风湿痹痛、黄水病等^[1]。独一味主要含黄酮类、环烯醚萜类、苯乙醇苷

类等成分^[2-4], 其中苯乙醇苷类化合物具有抗炎、抑菌、抗病毒等活性^[5]以及抑制血小板凝集^[6]等作用, 为独一味中有效成分, 且在独一味药材中的量较多。《中国药典》以水解黄酮苷类成分为标示物, 测定木犀草素的量, 以此作为独一味药材的质量评价指

标^[1],而对苯乙醇苷类成分未加以控制。笔者采用HPLC法对独一味中苯乙醇苷类成分类叶升麻苷进行测定,并对不同产地的独一味药材及药材的不同部位中类叶升麻苷的量进行了比较,为更全面地保证药材质量控制的科学性提供参考依据。

1 仪器与材料

1.1 仪器与试剂

PC2001 高效液相色谱仪(Lab Alliance 公司); Series III 二元泵系统, Moder 201⁺ 紫外检测器, AXW-8 柱温箱, Lab Alliance 工作站; AB204-N、PB303-N 电子分析天平(瑞士 MettlerToledo); HS-3120 超声清洗仪(天津市恒奥科技发展有限公司); 甲醇、乙腈均为色谱纯,冰醋酸为分析纯,水为纯净水。

1.2 药材与对照品

独一味样品采自西藏、甘肃,经天津药物研究院张铁军研究员鉴定为唇形科植物独一味 *Lamio-phlomis rotata* (Benth.) Kudo 的干燥全草。类叶升麻苷对照品(99.1%,批号 02/080326),购自上海诗丹德生物技术有限公司。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

采用 Diamonsil C₁₈(200 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱;以乙腈-甲醇-1%醋酸水溶液(10:15:75)为流动相;体积流量为 1.0 mL/min;柱温 35℃;检测波长为 334 nm。

2.2 供试品溶液的制备

取干燥的独一味药材粉末约 0.5 g,精密称定,置 50 mL 锥形瓶中,精密加入 50% 甲醇 25 mL,浸泡 0.5 h 后超声提取 40 min,室温放置,滤过,以 50% 甲醇于 25 mL 量瓶中定容,0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.3 对照品溶液的制备

精密称取类叶升麻苷对照品适量,置 25 mL 量瓶内,以 50% 甲醇溶解并定容至刻度,摇匀,配制成含类叶升麻苷 0.113 6 mg/mL 的对照品溶液。

2.4 线性关系考察

取质量浓度为 0.113 6 mg/mL 的类叶升麻苷对照品溶液分别进样 2、5、8、10、12、15 μL,测定峰面积,以峰面积积分值为纵坐标(Y),对照品进样量为横坐标(X)进行线性回归,得回归方程为: $Y = 7 \times 10^6 X - 456\,922$, $r = 0.999\,2$ 。试验结果表明,类叶

升麻苷在 0.227 2~1.704 μg 呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验

精密吸取对照品溶液 10 μL,按“2.1”项下色谱条件,重复进样 6 次,并测定类叶升麻苷峰面积,结果其 RSD 为 0.30%。

2.6 重现性试验

取甘肃 03 批次药材,按“2.2”项下方法平行制备供试品溶液 6 份,测定类叶升麻苷质量分数,结果 RSD 为 0.64%。

2.7 稳定性试验

取甘肃 03 批次药材制备的供试品溶液,分别于配制后 0、2、4、8、12、24 h,精密吸取 10 μL 进样测定,测得类叶升麻苷峰面积的 RSD 为 0.86%,表明样品溶液放置 24 h 内基本稳定。

2.8 加样回收率试验

精密称取已测定的甘肃 03 批次药材粉末 6 份,每份 0.25 g,分别精密加入类叶升麻苷对照品溶液(1.66 mg/mL)1 mL,按“2.2”项下方法制备供试品溶液,测定,计算加样回收率,结果平均回收率为 99.4%,RSD=1.53%,表明本法回收率较好。

2.9 样品测定

精密吸取供试品溶液和对照品溶液各 10 μL 注入液相色谱仪,按“2.1”项下色谱条件进行测定,结果见图 1、表 1。

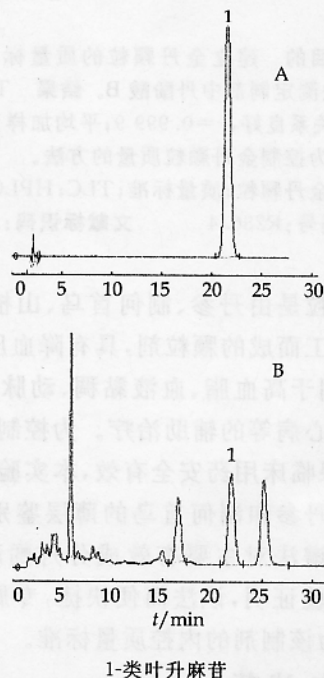


图 1 类叶升麻苷对照品(A)和独一味样品(B)的 HPLC 图

表1 不同产地与批次的独一味中类叶升麻苷的量

产地及批次(部位)	类叶升麻苷/%
甘肃 01	0.528
甘肃 02	0.379
甘肃 03	0.662
甘肃 04	0.579
西藏	0.514
甘肃 04(花)	0.297
甘肃 04(茎)	0.495
甘肃 04(叶)	0.613

实验结果表明,不同产地、不同批次的独一味药材品质存在差异,甘肃 03 批次药材的类叶升麻苷的量较高。比较药材不同部位中类叶升麻苷的量,结果显示叶中的量较高。

3 讨论

3.1 流动相的选择

参照《中国药典》标准,考察了甲醇-水、甲醇-1%醋酸水溶液、乙腈-1%醋酸水溶液系统,最终确定以乙腈-甲醇-1%醋酸水溶液(10:15:75)系统为流动相,分离效果最佳。

3.2 样品提取方法的选择

先后考察了冷浸、热回流、渗漉、超声等不同提取方法,同时又考察了溶剂比例、提取时间、溶剂体积等因素对提取的影响。结果显示,以 50% 甲醇超声提取 40 min 的效果最好,既简便可靠,又不会造成有效成分的破坏。

参考文献

- [1] 中国药典[S].一部. 2005.
- [2] 曾 阳,陈学军,陈振宁. 藏药独一味的研究进展[J]. 中草药, 2001,32(12):1141-1143.
- [3] 易进海,钟炽昌,罗泽渊,等. 独一味根化学成分的研究(Ⅲ)[J]. 中草药,1990,21(12):2-5.
- [4] 李茂星,贾正平,张汝学. 镇痛止血药独一味的研究概况[J]. 中药材,2004,27(3):222-224.
- [5] 靖 会,佐建锋,李教社. 苯乙醇苷类化合物的药理研究进展[J]. 时珍国医国药,2006,17(3):440-441.
- [6] 许敬英,苏 奎,周 静. 苯丙素苷类化合物的研究进展(Ⅱ)[J]. 时珍国医国药,2007,18(7):1770-1772.

(收稿日期 2009-02-18)

金丹颗粒的质量标准研究

浦香兰¹,许 枫²

(1. 江阴天江药业有限公司,江苏 江阴 214434; 2. 南京中医药大学,江苏 南京 210046)

摘要:目的 建立金丹颗粒的质量标准。方法 采用 TLC 法对方中丹参、制何首乌进行定性鉴别,采用 HPLC 法测定制剂中丹酚酸 B。结果 TLC 法能特异性地鉴别丹参和制何首乌。丹酚酸 B 进样量在 0.416~2.08 μg 线性关系良好, $r=0.9999$;平均加样回收率为 98.43%,RSD 为 0.97%。结论 该方法准确,可靠,重现性良好,可作为控制金丹颗粒质量的方法。

关键词:金丹颗粒;质量标准;TLC;HPLC

中图分类号:R286.4

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2009)03-0168-04

金丹颗粒是由丹参、制何首乌、山楂、金樱子经现代工艺加工而成的颗粒剂,具有降血压、调血脂的功效,主要用于高血脂、血液黏稠、动脉硬化所致的高血压和冠心病等的辅助治疗。为控制该制剂的内在质量,确保临床用药安全有效,本实验应用薄层色谱法建立了丹参和制何首乌的薄层鉴别方法,采用高效液相色谱法对主要有效成分丹酚酸 B 进行了测定。经试验证明,该法简便快捷,专属性强,结果满意,可作为该制剂的内控质量标准。

1 仪器与试药

1.1 仪器

LC-10AT 高效液相色谱仪(日本岛津公司);SPD-10A 紫外-可见检测器(日本岛津公司);N-2000 双通道色谱工作站(浙江大学智能信息工程研究所);CAMAG REPROSTAR3 薄层成像系统(瑞士 CAMAG 公司),超声清洗机(苏州昆山超声电子设备厂),Mettler-AE240 十万分之一分析天平(瑞士)。

1.2 试药

硅胶 G(青岛海洋化工厂),2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷(批号 110844-200505)、