

5 讨论

5.1 由于蜂胶具有大量生物活性成分和营养成分而被广泛应用于药品、食品领域,黄酮类化合物是其中的活性成分之一。实验结果表明,本法的回收率高,重现性好,方法简便,数据可靠,对产品的质量控制在切实可行的。

5.2 蜂胶口服液由蜂胶、银耳等原料经特殊工艺制成,呈乳白色胶状液体,样品需处理后才能测定其含量。由于蜂胶含黄酮而银耳含蛋白质,可利用黄酮类化合物溶于乙醇而蛋白质遇乙醇凝固沉淀的性质,在样品中加入

乙醇后使蛋白质沉淀,从溶液中分离出去而达到纯化样品的目的。实验显示,经这样处理后测得的结果令人满意。

5.3 经试验,除去蜂胶后制成的阴性对照溶液对本品的测定无干扰。因此对蜂胶口服液中黄酮类化合物的含量测定十分理想。

参考文献

- 1 房柱. 蜂胶. 北京:农业出版社,1984. 27
- 2 苏华. 蜜蜂杂志,1996,(12):5
- 3 唐金贤,等. 蜜蜂杂志,1995(2):6

(1997-11-08 收稿)

Determination of Flavonoids Content in Propolis Oral Liquid

Mao Lizhen, Xu Shifang (Zhejiang Academy of Medical Sciences, Hangzhou 310013)

Abstract Determination of the flavonoids content in Propolis Oral Liquid with spectrophotometry is described. The flavonoids were extracted using ethanol. Through sample assay, linear investigation ($r=0.9999$) and recovery tests ($X=100.29\%$, $RSD=0.63\%$), it was found that the method was accurate, quick, simple, and gave satisfactory results. This method may be used for the quality control of this preparation.

Key Words Propolis Oral Liquid Flavonoids Spectrophotometry

HPLC 法测定生脉注射液中人参皂甙 Re 的含量

扬州市药品检验所(225001) 闻珺毓* 于洋 李炳根
江苏苏中制药厂 徐柏颐 陈志清 胡岳

摘要 用 HPLC 法测定生脉注射液中人参皂甙 Re 的含量,以 C_{18} 柱,乙腈-0.05%磷酸(19:81)为流动相,检测波长 203 nm。该方法线性关系良好,平均回收率为 97.38%,RSD 为 1.83%。可作为生脉注射液的含量测定方法。

关键词 HPLC 生脉注射液 人参皂甙 Re

生脉注射液系根据古方“生脉散”由红参、麦冬和五味子配制而成的灭菌注射液,具有活血化瘀、理气开窍、补气生血及扩张血管与增加冠状动脉血流量等作用,临床疗效较好。原质量标准未制定含量测定项目^[1],也未见文献报道。本品中红参、麦冬的主要成分均为皂甙,用重量法^[2]、香草醛比色法^[3]等方法只能测定总皂甙的含量。我们选用 HPLC 法

可单独测定人参皂甙 Re 的含量,结果准确可靠,可作为控制本品质量的指标。

1 仪器与试剂

SP8810 高效液相色谱仪,SP100 可见紫外检测器,SP4290 积分仪(美国光谱物理公司), C_{18} 柱(200 mm×4.6 mm,国产)。

人参皂甙 Re 对照品(含量测定用):中国药品生物制品检定所;生脉注射液:扬州苏

* Address: Wen Liyu, Yangzhou Provincial Institute for Drug Control, Yangzhou
闻珺毓 女,副主任药师。1982年毕业于南京药学院,获理学学士学位。从事药品检验工作,主要研究 HPLC 法在中药质量控制中的应用,已发表多篇研究论文。

中制药厂提供;乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件:用十八烷基键合硅胶为分析柱,乙腈-0.05%磷酸(19:81)为流动相,流速1.0 mL/min,检测波长203 nm。该条件下人参皂甙 Re、Rg₁ 与其它干扰成分能得到满意分离。对照品与样品色谱图见图1。

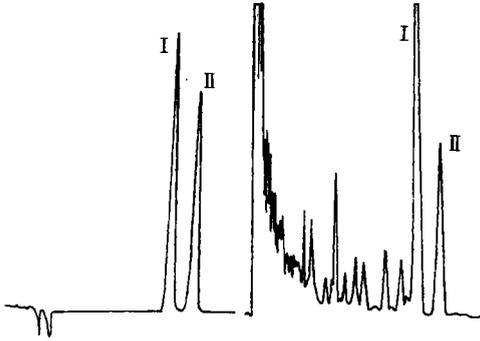


图1 色谱图

左-对照 右-样品 I-Rg₁ II-Re

2.2 线性关系:取人参皂甙 Re 对照品约25 mg,精密称定,置25 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,精密量取2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL置10 mL容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,分别取10 μL进样测定。以人参皂甙 Re 浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,得回归方程:

$$A = -0.00965C + 1.3457, r = 0.9999.$$

2.3 回收率测定:取已测含量的样品,分别加入一定量的人参皂甙 Re 对照品溶液,按样品测定项下处理,分别进样10 μL,计算回收率为97.38%,RSD为1.83%。见表1。

表1 回收率测定(n=2)

加入量(μg/mL)	测得量(μg/mL)	回收率(%)	RSD(%)
19.16	19.05	99.43	1.33
28.74	27.74	96.52	2.15
38.32	36.86	96.19	1.89

2.4 样品测定:精密量取样品50 μL,置分液漏斗中,加乙醚20 mL提取,水层用水饱和和正丁醇提取5次(20、20、15、15、15 mL),合并正丁醇液,置水浴上蒸干,残渣加甲醇溶解并转移到5 mL容量瓶中,用甲醇稀释至

刻度,摇匀,过滤,取续滤液进样10 μL,外标峰面积法计算含量,结果见表2。

表2 样品测定结果(n=2)

批号	平均含量(μg/mL)	RSD(%)
961118	22.18	0.01
961128	28.80	2.18
961130	39.80	0.39
961201	38.48	0.86
961203	36.06	1.23

2.5 重现性考察:取样品溶液连续测定6次,含量分别为26.46、27.24、26.62、26.50、26.34、26.74 μg/mL,平均含量26.65 μg/mL,RSD为1.2%。

3 讨论

3.1 人参皂甙在正丁醇中溶解度最大,用水饱和正丁醇提取5次,人参皂甙基本提取完全。正丁醇提取前用乙醚洗提,可以除去少量脂溶性杂质,减少柱头污染。我们曾在乙醚提取前用氨水将样品碱化,正丁醇提取后,合并正丁醇提取液,用水洗后再蒸干,虽然可以除去部分酸性杂质和多糖,但色谱图形没有明显改变,且人参皂甙含量有所下降。

3.2 本品所含皂甙成分复杂,干扰较大,但当人参皂甙 Re 与 Rg₁ 的分离度大于2.0时,两者与其它成分的分离良好。

3.3 本品为灭菌注射剂,在制备过程中,由于受热等因素影响,人参皂甙 Re 会部分转化为 Rg₂^[4],故测得的人参皂甙 Re 含量较低,但在工艺稳定的条件下,测定人参皂甙 Re 的含量对控制本品质量仍具有意义。

3.4 因原质量标准中未制定含量测定项目,而中药材在不同产地、不同采收季节、不同贮存期的有效成分的含量均有差异,利用本方法测定人参皂甙 Re 的含量可作为检测和控制生脉注射液质量的指标。

参考文献

- 1 江苏省药品标准,1985
- 2 卫生部进口药材部标准(W54-16-86):7
- 3 谢刚林. 中草药. 1990,21(11):12
- 4 朱永新,等. 药物分析杂志,1989,9(1):5

(1997-07-02 收稿)

Determination of Ginsenoside Re in Shengmai Injection by HPLC

Wen Liyu, Yu Yang, Li Binggen (Yangzhou Institute for Drug Control, Yangzhou 225001)

Xu Boyi, Chen Zhiqing, Hu Yue (Jiangsu Suzhong Pharmaceutical Factory)

Abstract Ginsenoside Re in Shengmai Injection was directly determined by HPLC. Acetonitrile-0.05% phosphoric acid (19 : 81) was used as the mobile phase on C₁₈ column. Detection wavelength was 203 nm. Results indicated that the linearity of this method was well with an average of 97.38%, and RSD 1.83%. The method can be used for the assay and quality control of Shengmai Injection.

Key Words HPLC Shengmai Injection Ginsenoside Re

冬凌草叶中齐墩果酸的提取分离及含量测定[△]

河南中医学院中药系(郑州 450003) 袁珂*

摘要 对冬凌草叶中的齐墩果酸进行了提取分离,并以标准品作对照,采用薄层扫描法对其进行含量测定。方法简便,结果稳定,重现性好,加样回收率为 97.73%。

关键词 提取分离 薄层扫描 含量测定 齐墩果酸

冬凌草为唇形科香茶菜属植物 *Rabdosia rubescens* (Hemsl.) Hara。冬凌草中的主要有效成分为萜类化合物,三萜中的主要有效成分为齐墩果酸和熊果酸。据文献报道^[1],齐墩果酸具有抑菌、保肝、护肝、降酶、升白细胞、增强机体免疫功能等方面的作用,是当前治疗肝炎的有效药物之一,近年又证明有抗癌活性^[2~4]。

冬凌草是河南省的一大植物资源,且相当丰富。我们对冬凌草叶中的有效成分齐墩果酸进行了提取分离和含量测定研究,为进一步扩大开发利用提供参考依据。

1 仪器与试剂

冬凌草叶于 1996-09 采自河南省济源太行山区,由本院标本室王中会副教授鉴定。

齐墩果酸对照品由中国药品生物制品检定所提供。

CS-9301 双波长薄层扫描仪(日本岛津),点样定量毛细管(Drummond Scientific CO USA),PBQI 型薄层自动铺板器,中草药

破碎提取器(自制,已获国家实用新型专利),层析柱(加工定做)。

柱层析硅胶(150~200 目)及薄层层析硅胶 G(青岛海洋化工厂生产);粉状活性炭、石油醚、乙酸乙酯、氯仿、丙酮、甲醇均为分析纯。提取用乙醇为 95% 的工业酒精。

2 提取与分离

2.1 提取:称取一定量冬凌草叶,用 10 倍量 95% 乙醇置提取器中,破碎提取 2 min,提取后的药材已完全破碎成了匀浆状,抽滤,将滤液真空浓缩至浸膏状,待做分离用。

2.2 分离:分离冬凌草叶中齐墩果酸的传统方法,即通过硅胶干柱层析法,以一定比例的氯仿-丙酮为洗脱液进行洗脱,可得到齐墩果酸结晶。该法所用的溶剂毒性较强,且极易挥发,价格也较高。该法仅适合小量样品制备,不适合大量生产。为此作者对该法进行了改进,洗脱液改用一定比例的石油醚-乙酸乙酯,经实验证明,改进后的方法切实可行。

将由上述方法得到的提取物浸膏用适量

* Address: Yuan Ke, Department of Chinese Materia Medica, Henan College of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou
△ 河南省科技攻关资助课题