

真空干燥得无色油状液体 1.8 g, 气相色谱法测定纯度为 99.89%。

4 鉴定

α -亚麻酸乙酯经 ^1H NMR、 ^{13}C NMR 测定数据与标准图谱对照基本一致。

致谢: 中国科学院长春应用化学研究所代测核磁共振谱。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典(1995年版一部). 广州: 广东科技出版社, 北京: 化学工业出版社, 1995: 301
- 2 王永奇, 等. 中草药, 1995, 26(5): 236
- 3 郭英, 等. 营养学报, 1996, 18(3): 268
- 4 Shimokawa, T. *et al.* Life Sciences, 1988, 43(25): 2067
- 5 Hirano J, *et al.* Yukagaku, 1991, 40(10): 942
- 6 Hashimoto A, *et al.* Prostaglandins, 1988, 36(1): 3
- 7 Hirose M, *et al.* Carcinogenesis, 1990, 11(5): 731

(1998-10-25 收稿)

HPLC 法测定感冒退热颗粒(冲剂)中 连翘酯苷 A 的含量

第二军医大学药学院(上海 200433)
上海市中药三厂

张 炜* 张汉明 郭美丽
杨继斌 朱美玲

摘 要 以 RP-HPLC 测定了感冒退热冲剂中连翘酯苷 A 的含量; 连翘酯苷 A 以冷浸超声法直接用甲醇提取; 色谱条件为: ODS 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 甲醇(含 1% 的四氢呋喃)-水(含 0.01 mol/L 磷酸二氢钾, pH 3.2)为流动相进行梯度洗脱; 柱温室温; 检测波长 332 nm; 实验表明本法简便、特异、准确, 可用于本制剂的质量控制。

关键词 感冒退热冲剂 连翘酯苷 A HPLC

感冒退热冲剂为 1997~1995 版药典收载的中药成方制剂, 具有清热、解毒等功效, 临床用量很大。其组方为大青叶、板蓝根、连翘、拳参; 药典除规定用薄层层析法定性鉴别板蓝根中的靛玉红成分外, 尚未有合适的定量指标。由于靛玉红的极性较小, 从感冒退热颗粒的生产工艺看, 它已大部分被除去, 不宜作为定量指标。考虑到连翘酯苷 A 为连翘的特征成分, 且具有很强的抗菌^[1]和抗病毒^[2]活性, 为此我们用 RP-HPLC 测定了感冒退热冲剂中连翘酯苷 A 的含量, 获得了满意的分析结果, 可为其质量控制提供参考。

1 仪器与试药

1.1 仪器 Waters 公司 M510 和 M590 泵, 490 型 UV/Vis 检测器, 740 型色谱数据站, U6K 进样阀, 超声振荡器, pH 计。

1.2 试剂与试药: 甲醇、磷酸二氢钾、磷酸及

四氢呋喃等均为分析纯, 水为重蒸水。连翘酯苷 A 对照品由中国医学科学院提供, 经光谱和 HPLC 法检测, 纯度在 95% 以上。感冒退热冲剂由上海市中药三厂提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱 ODS 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇(含 1% 四氢呋喃)-水(含 0.01 mol/L 磷酸二氢钾, 用磷酸调 pH 至 3.2)^[3]; 流速 1 mL/min; 检测波长 332 nm; 灵敏度 0.1 AUFS; 衰减 32; 进样量 10 μL , 柱温室温, 梯度洗脱条件见表 1。

2.2 标准曲线的绘制: 精密称取连翘酯苷 A 标准品 5.0 mg, 置 10 mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 配成浓度为 0.5 mg/mL 的储备液, 置冰箱保存。

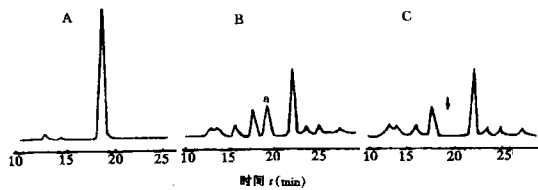
取连翘酯苷 A 储备液适量, 用甲醇稀释成 50、100、150、200、250、300、350、400 $\mu\text{g/L}$

* Address: Zhang Wei, College of Pharmacy, The Second Military University, Shanghai

mL 的浓度,分别进样 10 μ L,将所测峰面积(X)与浓度(C)进行线性回归,得回归方程为: $C=0.0376+3.428\times10^{-6}X,n=8,r=0.9996$;标准品与样品色谱图见图 1。

表 1 流动相的梯度洗脱条件

时间(min)	甲醇(%)	水(%)
0	32	68
10	34	66
20	40	60
30	45	55
35	60	40
42	32	68



A-连翘酯苷 A(峰 a) B-样品 C-缺连翘的样品

图 1 样品色谱图

2.3 稳定性试验:取同一样品试液,分别于 2、4、6、8、12 h 进样测定,得 $RSD=0.7\%$ 。取同一样品,均分成 4 份,分别于 0、1、3、5、7 h 进样测定,得 $RSD=4.4\%$ 。

2.4 精密度试验:取同一样品液,连续进样 5 次,测得 $RSD=0.6\%$ 。

2.5 重复性试验:取同一批样品,均分成 6 份,按样品项下处理并测定含量,得 $RSD=97.88\%$ 。

2.6 回收率试验:取已知含量的样品,研细,均分成 5 份,每份 1.5 g,分别加入含 2 mg 标准品溶液,按样品项下处理并测定含量,计算回收率,分别为 99.42%、97.62%、99.38%、98.96%、98.8%。

2.7 中成药样品的处理及含量测定:取样品一包,研细,精密称取 3.5 g(含糖制剂 6.0 g),用 30 mL 甲醇冷浸过夜,超声振荡 40 min,用 0.45 μ m 的微孔滤膜过滤,滤液浓缩至 25 mL,即成供试液,备用。取 10 μ L 进样,测定连翘酯苷 A 的含量,结果见表 2,样品色谱图见图 1。

表 2 样品中连翘酯苷 A 的含量测定结果

样品批号	含量	
	mg/g	毫克/包
961104	0.925	4.164
961014	0.770	3.467
无糖型 970103	1.141	5.133
960107	1.081	4.865
970901	0.579	7.104
951102	0.587	10.573
含糖型 961002	0.303	5.460
970401	0.467	8.412
970901	0.441	7.938

3 讨论

3.1 感冒退热冲剂组方中的大青叶和板蓝根分别为十字花科植物菘蓝的叶和根,其主要化学成分为靛蓝和靛玉红;连翘为木犀科植物连翘的干燥果实,主要成分有苯乙醇苷类、木脂素及其苷类、五环三萜类和黄酮类等;拳参为蓼科植物拳参的干燥根茎,主含鞣质。药典规定以检测靛玉红为其质量控制指标,但在生产工艺的浓缩过程中其损失率可高达 96.7%^[4],故不宜作为质控指标。根据近年来对连翘属植物的研究,发现其中的苯乙醇苷类成分连翘酯苷 A 具有很强的抗菌和抗病毒作用及广泛的生物学活性,极性较大且为连翘属植物的特征成分,故在进行连翘药材及其制剂感冒退热冲剂的质量控制时,以连翘酯苷 A 作为主要指标是适宜的,也是可行的。

3.2 连翘酯苷 A 遇酸、碱或高温等不稳定,易引起分解;因此在提取过程中应尽量避免酸、碱或高温。实验表明,索氏提取法与冷浸超声法的提取效率相近,考虑到后者不但节约时间而且节省溶剂,故选用冷浸超声法提取。

3.3 由于制剂中有些成分化学性质相近,用恒比流动相无法分开,经摸索选用了梯度洗脱的方法。在本实验中,流动相的 pH 对连翘酯苷 A 分离效果影响很大,pH=3.0~3.5

时可使连翘酯苷 A 得到良好峰形,如 pH<2.5,尽管峰形变化不大,但柱效损失极快,故 pH 宜控制在 3.0~3.5 之间。

3.4 实验表明,含糖制剂的连翘酯苷 A 含量较无糖制剂的要高,可能与制备工艺不同有关;不同批号的样品之间含连翘酯苷 A 的量差别较大,究竟是原料来源不同还是生产

操作中不够稳定所致,这些均有待进一步研究。

参 考 文 献

1 匡海学,等. 中药通报,1988,13(7):32

2 于起福,等. 吉林中医药,1995,(1):35

3 崔燕岩,等. 药学报,1992,27(8):603

4 李 影,等. 中成药,1990,12(9):810

(1998-07-01 收稿)

不同产地益母草总生物碱含量的比较

上海中医药大学(200032) 可 燕*

上海农学院 车生泉

摘 要 采用药典方法并加以改进,测定了全国 19 个省市药材益母草的总生物碱含量,结果表明各地区益母草中总生物碱含量有很大差别,其中以北京、新疆、辽宁产益母草品质最优,可见产地对药材质量影响很大。

关键词 益母草 生物碱 药材质量

益母草 *Leonurus artemisia* 为唇形科益母草属植物,为我国传统的妇科良药,全草入药。益母草的药用有效成分是生物碱,现已知有水苏碱、益母草碱等多种生物碱。

益母草属植物全球分布,约 20 种,我国 12 种和两个变种,广泛分布于全国各地,其中益母草为中药用药的主要植物,同时涉及药用的还有细叶益母草、白花益母草(变种)。据了解,因益母草为全国广布种,各地均就近收购本地产益母草入药,而对于药材是否因产地不同而具品质差异尚未有报道。测定了全国 19 个省市药材益母草的总生物碱含量,讨论了产地对药材质量的影响。笔者同时探讨了总碱含量的检测方法。

1 试验部分

1.1 仪器,试剂与生药来源:53Wb 微机数显紫外分光光度计(上海),盐酸水苏碱标准品(由中国药品生物制品检定所提供),试剂

均为分析纯。
生药样品来源:商品益母草购自各省,确保为原产地生药,品种由上海中医药大学周秀佳教授鉴定。

1.2 总生物碱的提取分离和含量测定

1.2.1 样品提取实验:文献报道测定益母草总生物碱方法有比色法^[1]、滴定法^[2]、离子交换法^[3~6]、薄层层析法^[7],其中药典所采用的是比色法即简便又具精确性,是药材鉴定的首选方法。在比色法中,最易干扰测定结果的是植物叶绿素,所以脱色在比色法中很重要。药典中采用活性炭脱色,经反复试验发现活性炭脱色引起总碱含量测定值偏低,改用乙酸乙酯回流脱色效果很好,但回流时间需 10 h 才能脱色完全,最后确定乙酸乙酯超声法:用适量乙酸乙酯浸泡样品。超声(300 W 35 kHz)5 min,滤掉乙酸乙酯,再加适量乙酸乙酯重复超声一次,最后过滤并挥干溶剂。3 种

* Address: Ke Yan, Shanghai University of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Shanghai
可 燕 女,1991 年毕业于内蒙古师范大学生物系,1994 年在东北师范大学生命科学院获得理学硕士学位。现在上海中医药大学攻读博士学位。研究方向为生药资源与质量。曾在《中国中药杂志》、《中药材》、《广西植物》等杂志发表论文数篇。