

样品 丁香苷对照

图 1 样品 HPLC 图

置 10 mL 容量瓶中,用 95%乙醇稀释至刻度,摇匀。即得丁香苷对照品溶液(4 μg/mL)。

3.2 供试品溶液的制备:精密称取刺五加提取物 0.4 g 左右,加 95%乙醇 50 mL,水浴热回流 2 h,过滤,滤渣用 95%乙醇洗涤 2 次,合并洗液和滤液置 100 mL 容量瓶中加 95%乙醇定容至刻度、摇匀,作为供试品溶液。

4 实验结果

4.1 线性关系考察:精密吸取对照品溶液 2.5,5.0,7.5,10.0,12.5 μL 进样,按上述条件测定峰面积,以峰面积积分值为纵坐标,丁香苷量为横坐标绘制标准曲线,计算出回归方程: $Y=93403X+107036$, $r=0.9996$ 。表明丁香苷在 0.01~0.05 μg 范围内具有良好的

线性关系。

4.2 精密度实验:精密吸取丁香苷对照品溶液 5.0 μL,连续进样 5 次,测得峰面积,得 RSD 为 1.2%。

4.3 含量测定:精密吸取供试品溶液 5.0 μL 进样,在上述色谱条件下测定丁香苷的含量。(表 1)。

表 1 刺五加提取物中丁香苷含量的测定结果

批号	含量(%)			平均(%)
970351	0.107	0.108	0.106	0.107
960142	0.098	0.101	0.100	0.100
951209	0.108	0.113	0.111	0.110
930319	0.111	0.115	0.113	0.113
921120	0.105	0.109	0.107	0.107

4.4 回收率实验:精密吸取已知含量的刺五加提取物,添加一定量的丁香苷对照品,同供试品溶液的制备一样处理,平行测定 4 份,计算,平均回收率为 99.4%,RSD 为 1.68%。

5 讨论

我们用 HPLC 法测定刺五加提取物中主要有效成分丁香苷的含量,方法快速、准确,可在 20 min 内完成,可作为刺五加提取物质量控制的主要方法。

(1998-11-30 收稿)

贯叶连翘中金丝桃素等有效成分含量分析

西安天诚医药生物工程有限公司(710075) 周佳* 王春德 刘莹 邓护军 杨建莉

摘要 对陕西地区贯叶连翘 *Hypericum perforatum* L. 提取物中金丝桃素类成分进行 HPLC 和 UV 检测,结果表明含量略高于国外同种植物。

关键词 贯叶连翘 金丝桃素 HPLC UV

贯叶连翘 *Hypericum perforatum* L. 在中国民间主要用于止血、抗炎、妇科病等方面^[1]。欧洲民间草药用于治疗创伤也有相当

长的历史。近年来,欧、美等国家和地区将其应用在抑郁症治疗方面,取得了很好的疗效^[2]。据报道金丝桃素、伪金丝桃素还具有抗

* Address: Zhou Jia, Xi-an Tiancheng Drugs & Bioengineering Co. Ltd., Xi-an

周佳男,1984年苏州医学院放射医学系本科毕业,医学学士学位,讲师。大学毕业后曾在兵器工业部卫生研究所和西安医科大学工作,主要从事卫生毒理学的科研和教学。1994年起在西安天诚医药生物工程有限公司从事植化产品的研究开发工作。曾参与开发了紫杉醇、5-HTP、Kava、石杉碱甲和 Genistein 等植化产品。

AIDS 作用^[3],其开发应用在国际上已引起广泛的关注。笔者就我国陕西地区贯叶连翘中金丝桃素等有效成分含量分析作一报道。

1 方法

1.1 材料与仪器:本实验所用植物采自陕西省境内的户县、柞水、留坝、南郑、安康等地区,经中科院西北植物研究所杨金祥先生鉴定为贯叶连翘 *Hypericum perforatum* L.。对照品金丝桃素(hypericin)由 Sigma 公司提供;全波长紫外扫描仪:岛津 UV-2101PC,高效液相色谱仪:Waters 600, UV-VIS Detector (Waters 468)。

1.2 样品制备方法:将采集到的新鲜贯叶连翘盛花期植株,分为两组处理,甲组取顶端 25 cm,乙组取地上全植株。两组材料均剪成 0.5 cm 小段,混匀,每组分为两份,分别做干燥失重和提取检测。干燥组经称重后放置烘箱内 80℃ 恒温 2 h,取出称重计算干品得率。提取组称重后用甲醇回流提取 3 次,提取液合并浓缩,真空干燥,称重,以干燥组干品得率折算出提取组干品重量,求得提取物收率。精确称量提取物和金丝桃素标准品,用甲醇溶解,超声波振荡 30 min 后定容,进行 UV、HPLC 含量检测。

1.3 检测条件:按规定方法条件测定。UV:检测波长 $\lambda = 590$ nm;HPLC:色谱柱:ZORBAX Rx-C₁₈ 4.6 mm × 150 mm;流动相:甲醇-乙腈-0.1 mol/L NaH₂PO₄ (400:100:100);流速:10 mL/min,柱温 30℃,紫外检测波长 590 nm。以 hypericin 样品标准进行外标法测定。

2 结果与讨论

2.1 测定结果:见表 1、图 1。

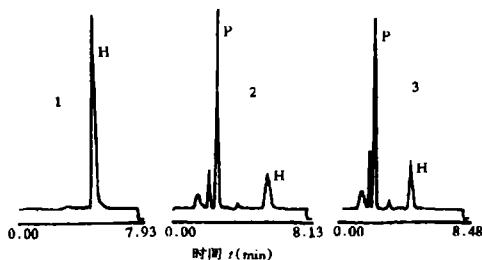
2.2 讨论:表 1 中 HPLC 检测结果表明各地区顶端 25 cm 组金丝桃素含量明显高于地上全植株组,该结果与国外报道一致^[4]。并且顶端 25 cm 组与地上全植株组金丝桃素的含量也较报道略高^[4],这可能与植株生长地域及提取方式等因素有关。我们参照国外相应标准图谱对图中 P 峰和 H 峰的出峰时间及

表 1 样品测定结果

样品采集地	组别*	提取物收率** (%)	UV 含量 (%)	HPLC 含量 (%)	植物中含量* (%)
户县	甲组	28.00	0.94	0.229	0.06410
	乙组	28.28	0.63	0.150	0.04240
柞水	甲组	27.00	0.98	0.234	0.06318
	乙组	27.50	0.67	0.160	0.04400
留坝	甲组	29.00	0.92	0.220	0.06380
	乙组	29.20	0.50	0.135	0.03942
南郑	甲组	30.00	0.89	0.210	0.06300
	乙组	29.00	0.59	0.140	0.04060
安康	甲组	27.80	0.97	0.245	0.06700
	乙组	27.50	0.72	0.152	0.04180

* 甲组为顶端 25 cm;乙组为地上全植株组

** 提取物收率及植物中含量均以干品计算



1-标准品 2-户县,顶端 25 cm 3-户县,地上全株
H-金丝桃素 P-伪金丝桃素

图 1 样品 HPLC 图

面积进行比较、统计后发现,提取物中金丝桃素和伪金丝桃素(pseudohypericin)之间的比例关系与国外报道基本一致^[5]。UV 检测结果与原金丝桃素(protohypericin)、金丝桃素、原伪金丝桃素(proto-pseudohypericin)及伪金丝桃素等多种金丝桃素类成分含量有关,本实验所得结果略高于欧、美同类实验结果,表明陕西地区贯叶连翘中金丝桃素类混合成分含量略高于欧、美同种植物^[5]。依据本实验检测结果,我们认为陕西地区贯叶连翘具有较高的经济开发价值。

致谢:中科院西北植物研究所杨金祥先生对植物样本进行鉴定。

参考文献

- 1 江苏新医学院编. 中药大辞典. 上册. 上海:上海人民出版社,1977:1489
- 2 De Smet, et al. Bri Medi J, 1966,313:241
- 3 Meruelo, D. Proc Natl Acad Sci USA,1988, 85:5230
- 4 Hizl J, et al. Deutsche Apotheker Zeitung, 1987, 23:1227

复方降脂胶囊质量标准的研究

天津药物研究院(300193) 马莉* 张丽** 戴广训

摘要 对复方降脂胶囊进行了定性定量研究。显微方法鉴别红花;薄层色谱法对照药材鉴别决明子;HPLC法测定芍药苷的含量,十八烷基硅烷键合硅胶为固定相,甲醇-5 mmol/L 柠檬酸水溶液-异丙醇(25:75:2)为流动相,紫外检测波长 240 nm,芍药苷与其它杂质得到有效分离。回收率为 100.52%,RSD=1.92%,测定结果所用药材赤芍中芍药苷的含量为 4.46%,三批样品的平均含量为 12.69 mg/g,暂定芍药苷的含量在 10.14 mg/g 以上。

关键词 复方降脂胶囊 芍药苷 HPLC 薄层层析 显微鉴别

复方降脂胶囊是治疗高血脂症的新药,由决明子、赤芍、红花等味中药组成。为有效控制其质量,我们采用了 HPLC 法对其主要药味赤芍进行了含量测定。本方法灵敏度高,重现性好,其他成分无干扰。针对本制剂为原粉制剂的特点,以显微鉴别与薄层色谱法相结合,对其处方中决明子、红花进行了定性鉴别研究,结果满意。

1 仪器与试剂

仪器: Waters 高效液相色谱仪,510 型输液泵,U_{6K} 手动进样器,CR6A 数据处理机,4L 紫外检测器。

试剂: 甲醇为色谱纯,其他均为分析纯

样品: 批号 970201,970202,970203 由武警医学院天宝药厂提供。

对照品: 芍药苷、对照药材决明子均购自中国药品生物制品检定所。

2 定性鉴别

2.1 红花的鉴别: 取本品粉末少许,置显微镜下观察:花粉粒呈类圆形,椭圆形或橄榄形,直径约 40~60 μm,具有 3 个萌发孔,外壁有齿状突起。

2.2 决明子的鉴别: 取本品 4 粒,加正己烷

20 mL,振摇,回流提取 0.5 h,滤过,滤液浓缩至 0.5 mL,作为供试品溶液。另取决明子对照药材 0.5 g 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 1995 年版一部附录 VIB)试验,吸取上述两种溶液各 5~10 μL,分别点于同一硅胶 G 高效薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯-甲醇(10:1:1)的上层溶液为展开剂。展开,取出,晾干,置紫外灯(365 nm)下检视,供试品色谱中与对照药材色谱相应位置显相同橙黄色荧光斑点(见图 1)。

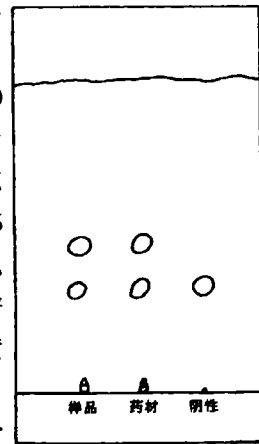


图 1 决明子薄层图

3 赤芍中芍药苷的含量测定

3.1 色谱条件与系统

适用性试验: 色谱柱以十八烷基硅烷键合硅胶为填料(4.6 mm×250 mm);流动相甲醇-5 mmol/L 柠檬酸水溶液-异丙醇(25:75:2);检测波长 240 nm;流速 0.9 mL/min;灵敏度 0.2;理论板数按芍药苷峰计算应不低

* Address: Ma Li, Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Tianjin
** 武警医学院制药厂