

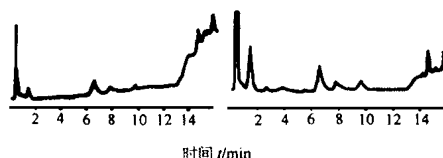
2.2 肠液样品制备: 同上处理

2.3 血清液样品制备: 同上处理

3 结果与讨论

3.1 高效液相分析后发现白芷细粉和提取物中的欧前胡素均可在大鼠胃、肠液和血液中检测到; 提取物中的欧前胡素在各样液中检出的时间均明显早于细粉的; 且在血液和胃液中的检测峰面积也比相应的细粉的大, 结果见图 1~4。这意味着相同量药材的细粉和提取物经同一途径给药后, 提取物中的香豆素类吸收快而较完全, 我们将总香豆素含量不同的提取物通过药效比较实验后还发现, 提取物中总香豆素含量增高, 镇痛作用也相应增强。故可以总香豆素的含量作为白芷治疗头痛的提取工艺的指标性评判指标。

3.2 白芷提取物中欧前胡素在胃液中很快达到较高浓度, 而白芷细粉在胃液中较长时间维持一个较低的浓度, 主要原因是有效成分需要从药粉组织中不断缓慢溶出。结果见图 2, 这意味着白芷经提取后给药, 更有利于药效成分更快更好地发挥作用。

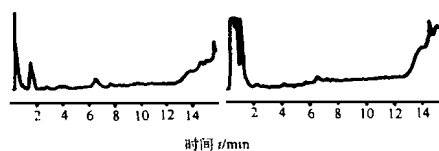


细粉灌胃 1 h 后 提取物灌胃 0.5 h 后

图 2 白芷胃液样 HPLC 谱图

3.3 白芷提取物中欧前胡素主要在胃中吸收, 较少

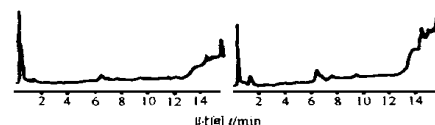
进入肠液, 可避免碱性环境对有效成分的破坏, 而白芷细粉由于随胃排空进入肠道后, 其碱性环境有助于欧前胡素的溶出, 给药 2 h 后肠液中可检出欧前胡素, 检测峰面积也比相应的提取物的大, 但其吸收并未增加, 即有效成分的有效利用率降低。结果见图 3。



细粉灌胃 3 h 后 提取物灌胃 1 h 后

图 3 白芷肠样 HPLC 谱图

3.4 药物的最大血药浓度决定其作用的强弱, 提取物中白芷的吸收峰面积远大于细粉的, 也就是说其最大血药浓度远高于白芷细粉的, 这与镇痛作用比较结果一致。结果见图 4。



细粉灌胃 3 h 后 提取物灌胃 1 h 后

图 4 白芷血样 HPLC 谱图

参考文献:

- [1] 刘俊, 魏玉平, 陈前进, 等. 胃肠动力学和血清动力学在中药有效组分研究中的运用[J]. 中成药, 1998, 20(1): 48.
- [2] 黄泰康. 常用中药成分与药理手册[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.

HPLC法测定便秘舒胶囊中芦荟苷含量

陈丹, 包国荣, 凌伟坚, 陈香琴, 范新锋*

(福建中医学院 药学系, 福建 福州 350003)

摘要: 目的 建立便秘舒胶囊中芦荟苷含量测定方法。方法 经薄层色谱初步分离, 用高效液相色谱法测定, 流动相甲醇-水 (7: 3), 检测波长 359 nm。结果 平均回收率为 97.3%, $RSD=1.09\%$ ($n=6$)。结论 本方法可靠准确, 重现性好, 适用于便秘舒胶囊的质量控制。

关键词: HPLC; 芦荟苷; 便秘舒胶囊

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)04-0319-02

Determination of aloin in BIANBISHU CAPSULES^{*} by HPLC

CHEN Dan, BAO Guo-tong, LING Wei-jian, CHEN Xiang-qin, FAN Xin-feng

* 收稿日期: 2000-03-30

作者简介: 陈丹 (1961-), 女, 1982年7月毕业于中国药科大学 (原南京药学院) 药学专业, 理学学士, 副教授, 中药制剂分析教研室主任。现主要从事中药及其制剂分析的教学及研究工作。为福建中医学院优秀中青年骨干教师, 享受学院特殊津贴。承担省自然科学基金及省教委研究课题, 近10年公开发表论文10余篇。联系电话: 0591-3571109

(Department of Pharmacy, Fujian College of TCM, Fuzhou Fujian 350003, China)

Key words HPLC; aloin; BIANBISHU CAPSULES

* BIANBISHU CAPSULES is a ready-made preparation of Chinese medicine used as catharsis.

便秘舒胶囊主要由芦荟等中药组成,具有清热、益气、通便的作用,对于中青年便秘、老年习惯性便秘等均有显著疗效。芦荟系方中君药,其主要有效成分为芦荟苷^[1],故选用芦荟苷作为便秘舒胶囊质量控制的指标成分进行分析研究。原便秘舒胶囊质量标准中已报道的含芦荟制剂中芦荟苷的含量测定均采用了比色法。本研究采用甲醇超声波提取,经薄层色谱预处理后,用 RP-HPLC法测定芦荟苷含量,本法经各项方法学考察,结果满意。

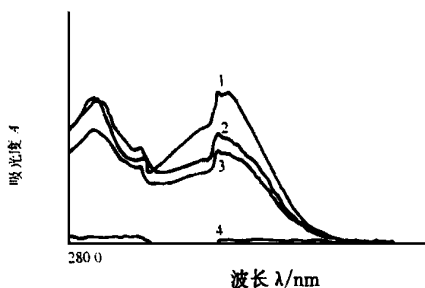
1 仪器与试药

Waters 600型高效液相色谱仪,486紫外检测器;浙江大学智能信息工程研究所 N2000色谱数据工作站;CQ50超声波清洗器(上海超声波仪器厂);BECKMAN DU 640紫外分光光度计。

芦荟苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 787-9001,纯度 98.37%);便秘舒胶囊(中外合资福州辰星药业有限公司);甲醇为色谱纯;重蒸馏水;其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 检测波长的选择:精密称取芦荟苷对照品配制成 0.04 mg/mL 的甲醇溶液。另取便秘舒胶囊样品、芦荟阳性对照、阴性对照样品,分别按“供试品溶液制备”项下制备供试液,以甲醇为空白在 280~500 nm 波长处扫描,结果见图 1。吸收光谱显示,在 359 nm 处芦荟苷对照品、便秘舒样品及阳性对照均呈吸收峰,阴性对照无吸收干扰,故选择 359 nm 为 HPLC 的紫外检测波长^[2,3]。



1 芦荟苷对照 2 芦荟阳性对照
3 便秘舒胶囊 4 阴性对照

图 1 紫外吸收光谱图

2.2 提取方法的选择:以甲醇为提取溶剂,对索氏提取器回流提取和超声波提取 30~90 min 进行了比较研究。实验结果表明,超声波处理 30 min 提取

完全。结果见表 1。

表 1 提取方法选择

提 取	时 间 (min)	芦 荟 苷 含 量 (n=3, %)	RSD (%)
索氏提取	30 60 90	17.8 20.5 22.6	2.2 1.0 2.5
超声波	30 60 90	25.7 24.2 24.0	1.8 0.7 1.6

2.3 色谱条件:色谱柱 μ Bondapak C₁₈ 3.9 mm $\times$ 300 mm;流动相为甲醇-水(7:3);流速 0.7 mL/min;检测波长 359 nm;理论塔板数按芦荟苷计算不低于 1200。

2.4 对照品溶液的制备:精密量取芦荟苷对照品甲醇溶液(0.5 mg/mL)0.5 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,即得。

2.5 标准曲线的制备与线性关系的考察:精密量取芦荟苷对照品甲醇溶液(0.5 mg/mL)0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7 mL 分别置 10 mL 量瓶中,甲醇稀释至刻度。按上述色谱条件分别注入 20 μ L, 测定峰面积。以峰面积微克数绘制标准曲线。结果芦荟苷在 0.0~0.7 μ g 范围内呈线性关系,回归方程为: $A = 2010.523C - 7147$, $r = 0.9996$ 。

2.6 供试品溶液的制备及样品的测定:取便秘舒胶囊 20 粒,倾出内容物,研匀,精密称取约 0.6 g,加甲醇 5 mL 充分振摇后超声处理 30 min,滤至 25 mL 量瓶中,收集滤液至刻度,摇匀。精密量取 100 μ L 点于以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 H 薄层板上,用醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂,展开,取出晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视,刮取供试品与芦荟苷对照品相应位置上的条斑,用甲醇洗脱至 25 mL 量瓶中,收集洗脱液至刻度,摇匀即得。

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20 μ L, 注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定,外标法计算样品中芦荟苷含量。3 批样品测定结果为 21.56% ($RSD = 1.62\%$, $n = 3$), 22.88% ($RSD = 1.27\%$, $n = 3$), 25.72% ($RSD = 1.87\%$, $n = 3$), HPLC 图见图 2。

2.7 精密度试验:分别精密吸取芦荟苷对照品溶液 20 μ L, 按上述色谱条件连续重复进样 6 次,测定峰面积, $RSD = 0.93\%$ 。

2.8 重复性试验:取同一批样品,按拟定的含量测定方法,重复平行测定, $RSD = 1.34\%$ 。

2.9 回收率试验:采用加样回收法,分别精密称取已知含量的便秘舒胶囊内容物,分别精密添加芦荟

苷对照品,按“供试品溶液的制备及样品的测定”项下同法操作,结果回收率为 97.3%, $RSD=1.0\%$ ($n=6$).

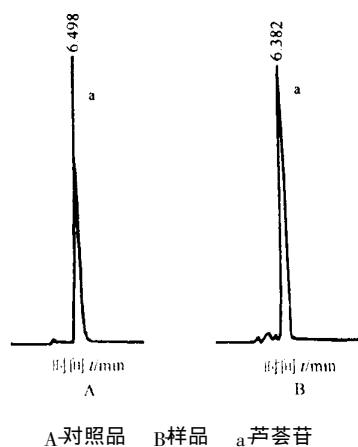


图 2 HPLC谱图

3 讨论

3.1 原便秘舒胶囊质量标准采用将提取的总蒽醌

经水解后比色测定芦荟苷的含量,蒽醌放置后因环境等因素影响可能造成其不稳定性,故选用 HPLC 法直接测定指标成分芦荟苷含量,可准确地测定^[4],能有效地控制便秘舒胶囊的质量

3.2 实验表明,芦荟苷在甲醇中,随温度升高而含量下降,故采用本法宜在室温(20℃左右)条件下,于 8 h 内完成。芦荟苷对照品的甲醇溶液于 2℃~4℃ 储存,40 h 内稳定

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 1995年版一部.
- [2] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.
- [3] Zonta F, Bogoni P, Masotti P. *et al.* High performance liquid chromatographic profiles of aloe constituents and determination of aloin in beverages, with reference to the EEC regulation for flavoring substances [J]. J Chromatogr A, 1995, 718 (1): 99.
- [4] 包国荣,陈丹,黄声强,等. 芦荟苷含量测定方法的比较研究[J]. 药物分析杂志, 1997, 17(5): 338-339.

HPLC法测定贯叶连翘中贯叶金丝桃素含量

张 博*

(西安天诚医药生物工程公司,陕西 西安 710075)

摘要: 目的 测定贯叶连翘中贯叶金丝桃素的含量。方法 采用 HPLC法,流动相:乙腈-水(140:1,内含 1%冰醋酸),流速:1 mL/min,检测波长 276 nm。结果 该法的平均回收率为 98.47%, $RSD=1.33\%$ 。

结论 方法可用于贯叶金丝桃药材及其制剂的质量控制。

关键词: 贯叶连翘;贯叶金丝桃素;HPLC法

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)04-0321-02

Quantitative determination of hyperforin in *Hypericum perforatum* by HPLC

ZHAN G Bo

(Xi'an TIANCHENG Medicinal Bioengineering Company, Xi'an Shanxi 710075, China)

Key words *Hypericum perforatum* L; hyperforin; HPLC

贯叶连翘为藤黄科植物贯叶连翘 *Hypericum perforatum* L. 的全草。贯叶连翘是近年来国际研究开发的热点之一,连续数年入选美国最畅销植物药行列,目前主要用于抗抑郁症,被认为是第一种能影响脑内 5-HT 去甲肾上腺素和多巴胺的物质。贯叶金丝桃素(hyperforin)属间苯三酚化合物,具有亲脂性,对光和热不定。近年来的研究表明,贯叶金丝桃

素是贯叶连翘提取物中抗抑郁效果的主要活性成分^[1,2]。我们建立了 HPLC法测定贯叶连翘中贯叶金丝桃素的方法,可用于贯叶连翘药材及其成药制剂的质量控制

1 仪器与试药

Waters 600高效液相色谱仪、486紫外检测器、717 plus 自动进样器,UV-210PC紫外-可见分光光

* 收稿日期: 2000-07-31

作者简介: 张 博(1977-),男,西安人,助理工程师,1998年毕业于西北大学化学系分析化学专业,学士学位,现就职于西安天诚医药生物工程公司质管部,从事天然药物中有效成分的检测工作。