

- [2] Pillay V, Fassihi R. Evaluation and comparison of dissolution data derived from different modified release dosage forms: an alternative method[J]. J Contr Rel, 1998, 55: 45-55.
- [3] Moore J W, Flanner H H. Mathematical comparison of dissolution profiles[J]. Pharm Technology, 1996, 20(6): 64-74.
- [4] Polli J E, Rekhi G S, Augsburg L L, *et al.* Methods to compare dissolution profiles and a rationale for wide dissolution specifications for metoprolol tartrate tablets[J]. J Pharm Sci, 1997, 86(6): 690-700.
- [5] Evans D F, Pye G, Bramley R, *et al.* Measurement of gastrointestinal pH profiles in normal ambulant human subjects[J]. Gut, 1988, 29: 1035-1041.
- [6] Peter J, Watts, Lisbeth I. Colonic Drug Delivery[J]. Drug Dev Ind Pharm, 1997, 23(9): 893-913.
- [7] Clarke G M, Newton J M, Short M B. Comparative gastrointestinal transit of pellet systems of varying density[J]. Int J Pharm, 1995, 114: 1-11.
- [8] Khan M Z, Prebeg Z, Kurjakovic N. A pH-dependent colon targeted oral drug delivery system using methacrylic acid copolymers. I. Manipulation of drug release using Eudragit L 100-55 and Eudragit S100 combinations[J]. J Contr Rel, 1999, 58(2): 215-222.
- [9] Khan M Z, Stedul H P, Kurjakovic N. A pH-dependent colon-targeted oral drug delivery system using methacrylic acid copolymers. II. Manipulation of drug release using Eudragit L 100 and Eudragit S100 combinations[J]. Drug Dev Ind Pharm, 2000, 26(5): 549-554.
- [10] Odani T, Tanizawa H, Takino Y. Studies on the absorption, distribution, excretion and metabolism of ginseng saponins. IV. Decomposition of ginsenoside-Rg₁ and Rb₁ in the digestive tract of rats[J]. Chem Pharm Bull, 1993, 31(10): 3691-3697.

HPLC法测定麻黄汤分煎及合煎汤剂中甘草酸含量

曹佩雪¹, 梁光义^{1*}, 徐必学¹, 靳风云², 贺祝英²

(1. 中国科学院天然产物化学重点实验室, 贵州 贵阳 550002; 2. 贵阳中医学院, 贵州 贵阳 550002)

摘要: 目的 测定麻黄汤分煎、合煎汤剂中甘草酸含量。方法 采用 HPLC法测定麻黄汤分煎与合煎液中甘草酸的含量。选 Hypersil C₁₈柱, 流动相: 乙腈-0.1% 乙酸水溶液 (33: 67), 检测波长 254 nm。结果 分煎液甘草酸平均回收率为 102.43%, *RSD* = 2.65%; 合煎液甘草酸平均回收率为 99.41%, *RSD* = 3.11%。结论 方法简便、准确, 复方中其它成分对测定无干扰。

关键词: 甘草酸; 麻黄汤; HPLC

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2001)11-0981-03

Determination of glycyrrhizic acid in MAHUANG DECOCTION* by HPLC when decocted separately or as a whole

CAO Pei-xue¹, LIANG Guang-yi¹, XU Bi-xue¹, JIN Feng-yun², HE Zhu-ying²

(1. Key Laboratory of Chemistry for Natural Products, Chinese Academy of Sciences, Guiyang Guizhou 550002, China; 2. Guiyang College of TCM, Guiyang Guizhou 550002, China)

Abstract Object To determine the content of glycyrrhizic acid obtained when each individual ingredient in MAHUANG DECOCTION was decocted separately and then mixing the extracts with boiling water in comparison with that obtained by decocting the total composition together as a whole in the traditional way. **Methods** The contents of glycyrrhizic acid was determined by HPLC. Hypersil C₁₈ column was used, with acetonitrile: 0.1% acetic acid (33: 67) as the mobile phase and detected at the wavelength of 254 nm. **Results** The average recovery of glycyrrhizic acid when separately decocted was 102.43%, *RSD* = 2.65%, while that of decoction in whole was 99.41%, *RSD* = 3.11%. **Conclusion** The method was simple and accurate and was not interfered by other constituents in the prescription.

Key words glycyrrhizic acid; MAHUANG DECOCTION (*Ephedra* decoction); HPLC

* MAHUANG DECOCTION (*Ephedra* decoction) was composed of *Herba Ephedrae*, *Ramulus Cinnamomi*, *Semen Armeniacae Amarum*, and *Radix Glycyrrhizae Praceparata*.

收稿日期: 2001-03-18

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (39960083)

作者简介: 曹佩雪, 女, 98级在读研究生, 1995年毕业于贵阳中医学院药理学系, 主要研究方向为中药复方化学成分的研究。

*通讯联系人

麻黄汤具有发汗解表、宣肺平喘功能,主治外感风寒表实证,风寒哮喘。一付汤剂由麻黄 6 g 桂枝 4 g 杏仁 9 g 炙甘草 3 g 4味药组成^[1]。本实验以 HPLC法测定采用传统方法制备的麻黄汤剂(合煎)和用单味中药精制颗粒制备的麻黄汤剂(分煎)中甘草酸的含量,比较在麻黄汤的分煎与合煎汤剂中甘草酸含量的差异。

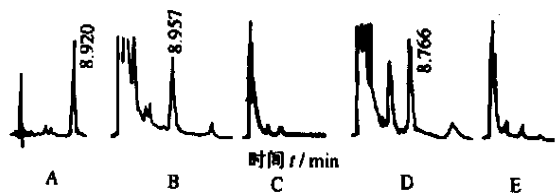
1 仪器与材料

美国惠普 HP1100高效液相色谱仪(包括真空脱气机、四元泵、自动进样器、DAD检测器);甘草酸单铵盐购自中国药品生物制品检定所;药材及单味中药浓缩颗粒由贵州省宏宇药业有限公司提供;药材经贵州省中医研究所陈德媛研究员鉴定为麻黄 *Ephedra sinica* Stapf 桂枝 *Cinnamomum cassia* Presl 甘草 *Glycyrrhiza uralensis* Fischer 苦杏仁 *Prunus armeniaca* L.;乙腈为色谱纯,乙酸为分析纯,水为重蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:分析柱: Hypersil C₁₈ (5 μ m, 4.6 mm $\times$ 150 mm);流动相: 乙腈-0.1%乙酸水溶液(33:67);流速 1 mL/min;检测波长 254 nm;柱温: 25 $^{\circ}$ C;进样量为 5 μ L。

在上述条件下,甘草酸可与杂质峰完全分离,空白样品无干扰,见图 1。



A-甘草酸 B-分煎液 C-分煎液阴性对照
D-合煎液 E-合煎液阴性对照

图 1 样品 HPLC图

2.2 对照品溶液的制备:精密称取甘草酸单铵盐对照品适量,用 60%甲醇溶解配制,得 1 mL含 0.029 4 mg的溶液。

2.3 供试品溶液的制备:称取麻黄 1.50 g,桂枝 1.00 g,杏仁 2.25 g,炙甘草 0.75 g,分别用 10, 7, 7 倍量的水煎煮 30, 30, 20 min,合并 3次煎液,适当浓缩,室温加水定容至 50 mL,混匀,精密吸取 10 mL,加甲醇定容至 25 mL,取适量离心 5 min (4 000 r/min),上清液用 0.45 μ m的滤膜滤过,得合煎液。

另称取单味中药浓缩颗粒,麻黄 0.13 g(相当于药材麻黄 1.5 g),桂枝 0.02 g(相当于药材桂枝

1.00 g),杏仁 0.23 g(相当于药材杏仁 2.25 g),炙甘草 0.21 g(相当于药材炙甘草 0.75 g),用沸水冲泡,室温加水定容至 50 mL,精密吸取 10 mL,加甲醇定容至 25 mL,取适量离心 5 min(4 000 r/min),上清液用 0.45 μ m的滤膜滤过,得分煎液。

分别按合煎液的药材量和分煎液的单味中药精制颗粒量及其制备方法,制备不含炙甘草的合煎液阴性对照液和分煎液阴性对照液。

2.4 标准曲线的绘制:精密吸取对照品溶液,分别进样 1, 5, 10, 15, 20 μ L,按上述色谱条件依次测定,以峰面积积分值(A)对进样量(C)进行线性回归,得回归方程: $A = 730.178775C - 0.021093$, $r = 0.9999$,甘草酸单铵盐在 0.029 4~0.588 8 μ g间浓度与峰面积的线性关系良好。

2.5 精密度实验:精密吸取同一对照品溶液 5 μ L,重复进样 5次,甘草酸峰面积 RSD为 1.41%,精密度良好。

2.6 稳定性实验:精密吸取供试品溶液各 5 μ L,每 2 h测定 1次,各测 5次,得分煎液甘草酸含量 RSD为 3.13%,合煎液甘草酸含量 RSD为 1.35%,样品在 8 h内稳定。

2.7 重现性实验:同一样品进行 5次平行实验,分煎液 RSD为 2.78%,合煎液 RSD为 1.21%。

2.8 加样回收率实验:精密称取已测含量的分煎液和合煎液各 5份,分别加入适量对照品溶液,照样品测定项下的方法进行处理,用 0.45 μ m的滤膜过滤,测定,计算回收率,结果分煎液甘草酸平均回收率为 102.43%,RSD= 2.62%;合煎液甘草酸平均回收率为 99.41%,RSD= 3.11%。

2.9 样品测定:精密吸取合煎液和分煎液各 5 μ L进样,用外标法计算分煎液及合煎液中甘草酸的含量,每付麻黄汤中甘草酸的含量以 5次测得的平均值计,结果见表 1。

表 1 样品中甘草酸含量测定(毫克/1付汤剂)

甘草酸含量	1	2	3	4	5	平均值
分煎液	34.63	37.17	36.59	36.13	36.96	36.30
合煎液	50.98	51.78	50.10	50.60	51.01	50.89

3 讨论

3.1 曾试过用比例为 38:62的乙腈-0.1%乙酸为流动相,由于甘草酸出峰时间靠前,分离效果不理想,改变乙腈体积从 38%降至 33%,甘草酸峰能与其它干扰峰完全分离。

3.2 流动相中加入适量酸,能改善甘草酸峰拖尾现

象,但同时必须考虑到酸性增强对分析柱损坏也增加。通过对文献资料中记载的多个流动相^[2,3]的比较,本实验采用 0.1% 乙酸即可使甘草酸峰得到较好分离。

3.3 甘草酸具有酸性,在煎煮过程中可以和处方中的生物碱反应成盐,实验结果显示合煎液甘草酸含量高于分煎液,是由于合煎液中多种药材成分产生

的助溶作用引起的,还是由于单味中药浓缩颗粒在制备过程中提取不完全等因素引起的,还有待研究。

参考文献:

- [1] 北京中医医院,北京市中医学校编.实用中医学[M].上册.北京:人民出版社,1975.
- [2] 吕归宝,刘军.高效液相色谱法测定甘草及其制剂中甘草酸的含量[J].药物分析杂志,1998,8(3): 137-139.
- [3] 荣志芬,张慰青,胡文洁,等.复方止咳冲剂中甘草酸和绿原酸的高效液相色谱法测定[J].中草药,1995,26(4): 181-182.

RP-HPLC法测定显齿蛇葡萄中杨梅素的含量

张友胜,杨伟丽,龚雨顺

(湖南农业大学食品科技学院,湖南长沙 410128)

摘要:目的 测定显齿蛇葡萄中杨梅素的含量。方法 采用 RP-HPLC法测定,色谱柱为 Nova-Pak C₁₈不锈钢柱,检测波长为 254 nm,用甲醇-水=40:60为流动相。结果 方法的变异系数为 2.763%,平均回收率为 97.4%,最低检测量为 15 ng。湖南显齿蛇葡萄植物中不同部位的杨梅素含量为 1.57%~2.17%。结论 方法简单、快速、精确,可作为显齿蛇葡萄植物质量检测方法之一。

关键词: RP-HPLC法;显齿蛇葡萄;杨梅素

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)11-0983-02

Determination of dihydromyricetin in *Ampelopsis grossedentata* by RP-HPLC

ZHANG You-sheng, YANG Wei-li, GONG Yu-shun

(College of Food and Technology, Hunan Agricultural University, Changsha Hunan 410128, China)

Abstract **Object** To establish a method for the assay of myricetin in *Ampelopsis grossedentata* (Hand.-Mazz.) W. T. Wang. **Methods** The determination was carried out with RP-HPLC on Nova-pak C₁₈ stainless steel column (150 mm×3.9 mm) with methanol: water (40:60) as the mobile phase, and detected at a UV wave length of 254 nm. **Results** The coefficient of variation was 2.763% with average recoveries=97.4%. The minimal detectable limit was 15 ng. Contents of myricetin in different parts of *A. grossedentata* from Hunan Province varied from 1.57% to 2.17%. **Conclusion** The method is rapid, simple, accurate and good for the determination of myricetin in *A. grossedentata*.

Key words RP-HPLC; *Ampelopsis grossedentata* (Hand.-Mazz.) W. T. Wang; myricetin

显齿蛇葡萄 *Ampelopsis grossedentata* (Hand. Mazz.) W. T. Wang 是葡萄科蛇葡萄属的一种野生藤本植物,亦称“茅岩莓茶”、“藤茶”、“甘露茶”等^[1,2];全株药用,味甘、淡、性凉,具有清热解毒、祛风湿、强筋骨等功效,民间将其嫩茎叶制成保健茶,用于治疗感冒发热、咽喉肿痛、黄疸型肝炎、疱疹等症^[3,4]。目前对显齿蛇葡萄作为药材的质量控制标准尚未标准化,仍依赖于比较传统的识别方法^[5],因此,作者用 RP-HPLC法对显齿蛇葡萄植物不同部位杨梅素的含量进行了测定,提供了对显齿蛇葡萄

进行质量控制的依据和方法

1 实验部分

1.1 仪器与试剂材料: System Gold系列高效液相色谱(Beckman公司,美国);水:三重蒸馏水;甲醇、乙腈:色谱纯;杨梅素对照品自制,经核磁共振测定其纯度>99.5%;显齿蛇葡萄由湖南江华县林科所、张家界市永定区科委提供,经作者按文献^[1,2]鉴定。

1.2 操作条件:检测波长:UV-254 nm;色谱柱: Nova-Pak C₁₈不锈钢柱(3.9 mm×150 mm);流动相:甲醇-水(40:60,用磷酸调 pH);流速: