

要求, $RSD < 10\%$, 表明本法可靠, 结果令人满意。

3.4 样品测定: 按样品制备方法和预处理方法分别测定各时点的血药浓度, 其药时曲线见图 2

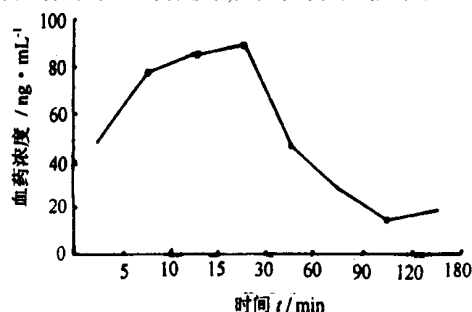


图 2 血瘀证患者口服川芎丹参煎剂后阿魏酸药-时曲线

4 讨论

4.1 血样中药物的提取方法一般使用液-液萃取、固相提取, 或加入有机溶剂去除蛋白等方法, 我室建立了沸水浴去血清蛋白质后用 HPLC 直接测定血样中药物浓度方法, 效果较好^[8], 但也存在去除蛋白不彻底从而减短分析柱使用寿命的不足^[9]。为此, 我们对原水浴法进行了改进, 将离心所得上清液再加甲醇放置沉淀, 较原法相比, 去除蛋白更充分, 在不影响检测结果的基础上有助于延长分析柱的使用寿命。

4.2 从阿魏酸的药时曲线可看出: 血瘀证患者一次口服川芎丹参煎剂后阿魏酸在胃肠道吸收迅速, 达峰时间短, 这为中药汤剂吸收快, 能迅速发挥疗效提供了直接的临床量化依据。该曲线还显示, 180 min 阿魏酸平均血药浓度高于 120 min, 提示川芎复方中的阿魏酸在体内存在重吸收现象, 且该现象在口服阿魏酸钠单体时并未出现^[10], 这可能

预示着机体存在尚不为人知的多成分方剂的特殊处置机制, 探明这一机制对阐明方剂作用原理有着重要的意义。

参考文献:

- [1] 黄 熙, 陈可冀. “证治药动学”新假说的理论与实践 [J]. 中医杂志, 1997, 38(12): 745-747.
- [2] Homma M, Oka K, Taniguchi C, *et al.* Systematic analysis of postadministrative saiboku-to urine by liquid chromatography to determine pharmacokinetics of traditional Chinese medicine [J]. Biomed Chromatogr, 1997, 11(3): 125-131.
- [3] Homma M, Oka K, Yamada T, *et al.* A strategy for discovering biologically active compounds with high probability in traditional Chinese herb remedies: an application of saiboku-to in bronchial asthma [J]. Anal Biochem, 1992, 202(1): 179-187.
- [4] Homma M, Oka K, Kobayashi H, *et al.* Liquid chromatographic determination of magnolol in urine collected from volunteers after a single dose of saiboku-to, an oriental herbal medicine for bronchial asthma [J]. J Pharm Pharmacol, 1993, 45(9): 839-841.
- [5] Zhao F Q, Zheng N X, Sato H, *et al.* Pharmacokinetics of a Chinese traditional medicine, danshensu (3, 4-dihydroxyphenylacetic acid), in rabbits using high-performance liquid chromatography [J]. Biol Pharm Bull, 1997, 20(3): 285-287.
- [6] 张 莉, 黄 熙, 王骊骊, 等. 四君子汤灌胃大鼠甘草甜素血药浓度测定及其药代动力学研究 [J]. 中药材, 2000, 23(9): 563-565.
- [7] 矢船明史, 丁宗铁. 小青龙汤投后与の血中エフェトリニ动态 [J]. 日本东洋医学杂志, 1992, 43(2): 275-283.
- [8] 黄 熙, 任 平, 张 莉, 等. HPLC 直接测定血清中阿魏酸-方剂血样预处理方法 (I) [J]. 中草药, 1999, 30(3): 175-178.
- [9] 张 莉, 黄 熙, 任 平, 等. 三维 HPLC 法同步测定犬血浆中的葛根素及阿魏酸 [J]. 沈阳药科大学学报, 2001, 18(1): 45-48.
- [10] Fujiwara S, Hamada T, Sugimoto I, *et al.* High-performance liquid chromatographic determination of ferulic acid in plasma [J]. Chem Pharm Bull (Tokyo), 1983, 31(3): 1079-1081.

乌龙减肥茶的质量标准研究

王 勇, 吴春敏*

(福建省药品检验所, 福建 福州 350001)

摘 要: 目的 制定乌龙减肥茶质量标准。方法 对荷叶、茶叶进行了薄层色谱鉴别, 用 HPLC 法测定制剂中咖啡因含量。结果 平均回收率为 99.3%, $RSD = 0.3\%$ ($n = 5$), 标准曲线的 $r = 0.9999$, 精密密度试验得 $RSD = 0.12\%$ ($n = 9$), 重现性试验 $RSD = 1.0\%$ ($n = 5$)。结论 方法稳定可靠, 可作为该产品的质量控制方法。

关键词: 乌龙减肥茶; 荷叶; 茶叶; TLC; 咖啡因; HPLC

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)03-0225-03

Quality control of WULONG JIANFEICHA*

WANG Yong, WU Chun-min

(Fujian Institute for Drug Control, Fuzhou Fujian 350001, China)

Key words WULONG JIANFEICHA; lotus; tea; TLC; caffeine; HPLC

* WULONG JIANFEICHA is a Chinese herbal preparation with the function of hypolipemia and anti-obesity.

乌龙减肥茶由荷叶、茶叶、茉莉花、川芎、玫瑰花、泽泻、牵牛子(炒)、番泻叶、人参叶、决明子(炒)组成,用于降脂、减肥,主治高血脂症及单纯性肥胖症^[1-3]。本研究对荷叶、茶叶进行了薄层色谱鉴别,用 HPLC 法对制剂中咖啡因的含量进行了测定。

1 仪器与试药

Agilent-1100 高效液相色谱仪,包括真空脱气机,四元梯度泵,自动进样器,二级管阵列检测器(DAD 检测器),Agilent-Chemstation 数据处理系统(美国 Agilent 公司)。

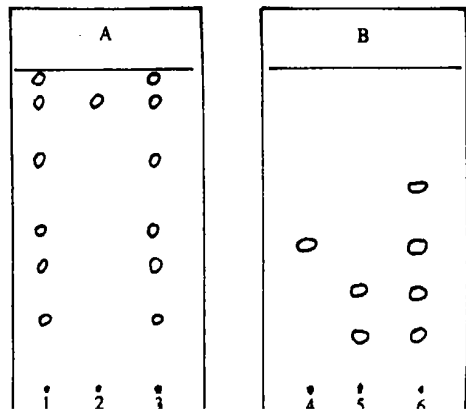
乌龙减肥茶(福建省闽东第二制药厂提供,批号为:20000715,20000716,20000717);咖啡因对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号:9201) 甲醇为色谱纯;水为双蒸水;其它试剂均为分析纯

2 薄层鉴别

2.1 荷叶鉴别:取本品约 10 g,置索氏提取器中,加甲醇适量,加热回流 4 h,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加 5% 醋酸溶液 50 mL,分 3 次溶解,滤过。滤液用氯仿 30 mL 振摇提取,弃去氯仿液,用浓氨试液调节 pH 值 9~10,再用氯仿振摇提取 3 次,每次 30 mL,合并氯仿液,蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取荷叶对照药材 6 g,同法制成对照药材溶液。再按处方取不含荷叶的其它药材,按本品工艺及上述供试品制备方法,制成阴性对照溶液。吸取供试品和阴性对照溶液 20 μ L,对照药材溶液 10 μ L,分别点于同一 CMC-Na 为粘合剂的硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇(93:7)为展开剂,置氨蒸气饱和的展开缸内,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上显相同颜色的荧光斑点;喷以稀碘化铋钾试液,斑点变为橘红色,而阴性对照无干扰。见图 1-A

2.2 茶叶鉴别:取荷叶鉴别的供试品溶液,作为供试品溶液。另取咖啡因对照品,加甲醇制成每毫升含 5 mg 的溶液,作为对照品溶液。再按处方取不含茶叶的其它药材,制成阴性对照溶液。吸取供试品、阴性对照溶液和对照品溶液各 5 μ L,分别点于同一

CMC-Na 为粘合剂的硅胶 G_{F254} 薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-水(100:13.5:7)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点;喷以碘化钾试液-乙醇-25% 盐酸溶液(5:2.5:2.5)试液,斑点变棕色,而阴性对照无干扰。见图 1-B



1-荷叶对照药材 2-阴性对照 3-供试品
4-咖啡因对照品 5-阴性对照 6-供试品

图 1 薄层色谱图

3 咖啡因的含量测定^[4-6]

3.1 色谱条件:色谱柱: Lichro CART C₁₈柱(125 mm $\times$ 4 mm, 5 μ m);流动相: 乙腈-0.1% 磷酸溶液(8:92);检测波长: 274 nm;柱温: 室温;流速: 1.0 mL/min;进样体积: 5 μ L;数据处理定量方法: 外标峰面积法。流动相选择参考文献^[5],用此流动相样品溶液中咖啡因与其它组分均能达到基线分离。

3.2 对照品溶液的制备:精密称取在 60 $^{\circ}$ C 减压干燥 4 h 的咖啡因对照品适量,加 50% 甲醇溶液制成每毫升含 0.2 mg 的溶液。见图 2-A

3.3 空白试验:按处方取不含茶叶的其它药材,照本品制备工艺和含量测定项下提取,色谱图中在咖啡因相同的位置上未见干扰。

3.4 线性关系考察:精密称取干燥的咖啡因对照品适量,加 50% 甲醇溶液制成每毫升含 1.057 mg 的溶液,再用 50% 甲醇溶液分别稀释成一系列的溶液,注入高效液相色谱仪中,按上述色谱条件进行测定,以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,计算得线性

回归方程: $Y=1.440\times 10^4X-6.944$, $r=0.9999$ 表明咖啡因浓度在 0.053~1.057 mg/mL 范围内呈良好的线形关系。

3.5 精密度试验: 分别精密吸取咖啡因对照品溶液 5 μ L, 连续重复进样 9 次, 测定 RSD 为 0.12%, 表明精密度良好。

3.6 重现性试验: 取同一批号样品 (20000716), 按样品测定方法进行 5 次平行测定, RSD 为 1.01%, 表明重现性良好。

3.7 回收率试验: 取同一批号样品 (20000716), 采用加样回收试验, 精密称取样品 5 份, 各 0.2 g, 分别加入 4.038 mg 咖啡因, 按样品测定方法进行测定, 计算回收率, 结果平均回收率为 99.3%, RSD 为 0.3% ($n=5$)

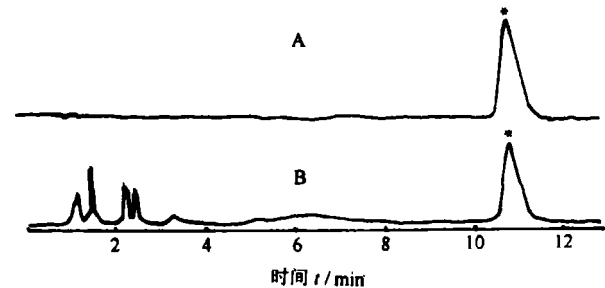
3.8 样品测定: 取本品 5 袋内容物, 混匀, 取约 0.2 g, 研细, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加 50% 甲醇溶液 20 mL, 称定重量, 浸泡 24 h, 超声处理 30 min, 放冷, 用 50% 甲醇溶液补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。按上述色谱条件测定, 结果见表 1 和图 2-B

参考文献:

[1] 李志成, 左春旭, 杨尚军, 等. 荷叶化学成分的研究 [J]. 中草

表 1 3 批样品测定结果 ($n=3$)

批 号	咖啡因含量 (mg/袋)	$RSD(\%)$
20000715	66.90	1.1
20000716	61.64	0.9
20000717	58.49	1.3



A 对照品 B 供试品 * 咖啡因
图 2 HPLC 图谱

药, 1996, 27(增刊): 50-52

[2] 江苏新医学院. 中药大辞典 [M]. 上海: 上海人民出版社, 1977.
[3] 肖崇厚. 中药化学 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1988.
[4] 岑路, 何志强. 程序升温色谱法同时测定痰咳净中冰片和咖啡因 [J]. 中成药, 1989, 11(10): 8-10.
[5] 王勇, 冯国康, 唐根源, 等. 高效液相色谱法测定利康胃胶囊中扑尔敏、扑热息痛、DL-盐酸甲基麻黄碱和咖啡因的含量 [J]. 色谱, 1996, 14(4): 288-290.
[6] 何明三, 汪经环, 雷永军, 等. 高效液相色谱法测定痰咳净中咖啡因的含量 [J]. 中国医院药学杂志, 1994, 14(9): 391-393.

核桃清除活性氧自由基的研究

胡博路, 杭 珣*

(青岛大学 化学系, 山东 青岛 266071)

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)03-0227-02

随着自由基生物学与自由基医学的迅速发展, 现已证明许多疾病的发生、发展与自由基对组织的损伤有密切关系, 体内过多的自由基会引发脂质过氧化链式反应, 造成细胞膜损伤, 导致各种细胞功能的改变, 诱发衰老和多种疾病的发生^[1-3]。

核桃仁是非常受人们喜爱的营养食品, 具有补肾固精, 敛肺定喘, 镇咳, 补脑, 延缓衰老等作用; 核桃叶具有较好的杀灭钩端螺旋体的作用, 常用于解毒、消肿; 而核桃壳则多被弃置。本研究用化学发光法对核桃仁、核桃叶、核桃壳清除活性氧自由基进行了研究, 希望能对它们的营养、药用价值及进一步开

发利用提供科学依据。

1 材料

- 1.1 主要仪器: OX-7 型化学发光分析仪 (日本), UV-754 型分光光度计 (上海第三分析仪器厂)。
1.2 实验材料: 核桃取自山东临沂, 鲁米诺溶液为德国 Merck-Schuchardt 公司产品, 试剂均为分析纯, 试剂配制均使用高纯度的去离子水。

2 实验方法

- 2.1 核桃仁、核桃叶、核桃壳活性成分的提取: 分别称取 20 g 粉碎后的核桃仁、核桃叶、核桃壳, 加入 100 mL 石油醚于 25℃ 振荡浸泡 6 h, 过滤, 滤渣再

* 收稿日期: 2001-07-03
基金项目: 山东省自然科学基金资助项目 (Y98D02050)