

2.6 稳定性试验: 取对照品及供试品溶液于室温分别放置 0, 2, 4, 6, 8 h 后, 测定吸光度, 计算得对照品及供试品的 *RSD* 分别为 1.0%, 1.1%。结果表明, 对照品及供试品溶液在 8 h 内稳定

2.7 回收率试验: 采用加样回收率法, 取供试品溶液 0.10 mL 6 份, 分别添加已知含量的芦丁对照品溶液, 测定总黄酮含量, 平均回收率为 98.4%, *RSD* 为 1.2% ($n=6$)

2.8 供试品测定: 取供试品溶液于 500 nm 处测定吸光度, 计算供试品含量为 2.64% ($n=3$)

3 讨论

桃红四物汤中 6 味药大多数含有黄酮类化合物, 黄酮类成分具有降血糖、降血脂、降血压等作用, 是该方的主要有效成分之一, 故以总黄酮类化合物含量为考察指标。本法简便可靠, 可作为桃红四物汤质量控制的依据。

参考文献:

- [1] 欧明. 汉英常用中医处方手册 [M]. 广州: 广东科技出版社, 1991.
- [2] 黄萍, 刘杰. 舒筋活血片质量标准的研究 [J]. 基层中药杂志 2000, 14(1): 16-18.

HPLC法测定鼻咽清毒颗粒中龙胆苦苷的含量

王四元, 李晓云*

(广州潘高寿药业股份有限公司, 广东 广州 511400)

鼻咽清毒颗粒是国家中药保护品种, 由龙胆草、野菊花、苍耳子、重楼、蛇泡、两面针、夏枯草、党参等中药组成, 具有清热解毒、化痰散结的作用, 用于热毒蕴结鼻咽, 鼻咽肿痛, 以及鼻咽部慢性炎症, 鼻咽癌放射治疗后分泌物增多等症。龙胆草是其主药, 龙胆苦苷是主要有效成分。目前该制剂还没有有效的含量测定方法, 因此, 本研究建立了 HPLC 法测定龙胆苦苷的含量。

1 仪器与试剂

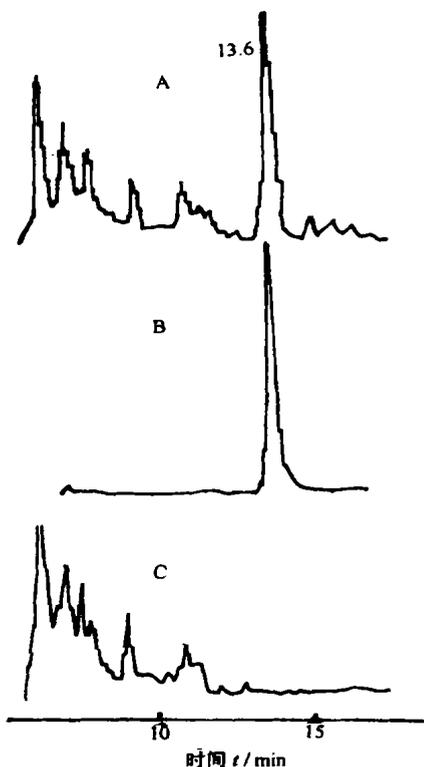
岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, 7530G 分光光度计 (上海分析仪器厂); 龙胆苦苷对照品购自中国药品生物制品检定所, 鼻咽清毒颗粒共 10 批, 均为本公司生产; 试剂均为分析纯, 水为超纯水。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: 岛津 CLC-ODS (150 mm × 6.0 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇-冰醋酸-水 (28: 0.47: 72), 检测波长: 270 nm, 流速: 0.5 mL/min, 柱温: 29℃。

2.2 可行性实验: 按处方量制备缺龙胆药材的阴性溶液, 按样品测定方法项下操作, 样品、龙胆苦苷对照品、阴性色谱图如图 1

2.3 线性的考察: 精密称取龙胆苦苷对照品约 4 mg, 置 10 mL 的容量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。精密量取该溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0,



A 样品 B 龙胆苦苷对照品 C 缺龙胆阴性

图 1 HPLC 色谱图

6.0 mL 分别置 10 mL 的容量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀。精密吸取 20 μL 注入高效液相色谱仪

* 收稿日期: 2001-07-04

作者简介: 王四元 (1964-), 女, 工程师、执业药师, 湖南岳阳人, 1986年毕业于中国药科大学, 主要从事中药质量标准的起草和修订工作, 已发表论文多篇。Tel: 020-84891136

* 成都中医药大学药理 96 级

中,以峰面积(Y)为纵坐标,龙胆苦苷浓度(X)为横坐标,绘制标准曲线,得到回归方程为: $Y = 25386.6X - 2648.6$, $r = 0.9999$,结果表明:龙胆苦苷在 $2.42 \sim 14.52 \mu\text{g/mL}$ 范围内,进样量与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 稳定性及精密度试验:按上述色谱条件,取同一样品,分别在 0, 0.5, 2.0, 4.0, 5.0 h 连续进样 5 次,进行测定,记录样品色谱峰峰面积积分值,结果 RSD 为 0.6%。精密吸取一定浓度的对照品溶液,连续进样 5 次,记录对照品对应色谱峰峰面积, RSD 为 0.6%。结果显示在此实验条件下样品稳定性及仪器精密度良好。

2.5 加样回收率测定:精密称取已知含量的样品约 1 g,精密加入龙苦苷对照品溶液 1 mL,按样品含量测定操作,结果平均回收率为 100.8%, RSD 为 3.5% ($n = 3$)。

2.6 重复性试验:取同一批号样品 5 份,按样品测定项下操作, RSD 为 1.6%。

2.7 样品含量测定:取鼻咽清毒颗粒约 20 g,研细,混匀,取其中约 2 g,精密称定,准确加入 1 mL 甲醇使粉末湿润,然后加 100 mL 乙酸乙酯,超声 1 h,并用乙酸乙酯补足失去的量,过滤,精密量取续滤液 10 mL,蒸干,残留物用流动相溶解并定容至 25

mL,摇匀,用 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜滤过,即得。取 $20 \mu\text{L}$ 注入高效液相色谱仪中,用外标一点法计算,结果见表 1。

表 1 鼻咽清毒颗粒中龙胆苦苷的含量 (mg/g)

批号	J0601A	J0703A	I0501A	I0572A	I0574A
含量	0.534	0.716	0.786	0.843	0.668
续表 1					
批号	I0504A	I0523A	I0571A	I0576A	I0575A
含量	0.623	0.825	0.787	0.787	0.685

3 讨论

3.1 检测波长的选择:取适量浓度的龙胆苦苷对照品溶液,进行紫外扫描,得最大吸收波长为 270 nm。

3.2 流动相的选择:本实验通过采用甲醇-水的不同比例以及不同量的冰醋酸为流动相进行试验,确定流动相为甲醇-水-乙酸 (28:72:0.47),样品峰能得到了较好的分离。

3.3 温度的选择:由于本品的药物组成多,成分复杂,不同成分受温度的影响不同,通过试验确定该实验的温度为 29°C ,以确保色谱的一致。

3.4 样品的处理:龙胆苦苷是环烯醚萜类物质,本实验通过采用甲醇-正丁醇-乙酸乙酯,以不同的时间进行超声处理或回流,确定本实验的方法简便,分离度好,准确度高,重现性好,回收率高,可作为鼻咽清毒颗粒的质量控制方法。

独尾草多糖的超声提取及含量测定

刘金荣,江发寿,但建明,王航宇,赵文斌*
(石河子大学药学院,新疆 石河子 832002)

独尾草系百合科独尾草属植物,我国有 4 种,新疆产 3 种^[1],其中粗柄独尾草 *Eremurus inderiensis* (M. Bieb.) Regel 和异翅独尾草 *E. insopterus* (Ker. et Kir) Regel 是生长在干旱、沙漠地区的特有种,是新疆沙漠地区抗旱抗沙的早春植物。独尾草以根入药,具有祛风除湿、补肾强身之功效^[2]。在新疆少数民族地区称其为西力力(维吾尔译音),民间有用其根焙干磨粉冲服,治疗消化道顽疾。近年来,我们对粗柄独尾草进行了研究,发现它除含葱醌外,还含有大量的多糖^[3]。本实验采用超声提取法和苯酚-浓硫酸比色法对独尾草多糖进行了研究。

1 仪器、材料与试剂

岛津 UV-2401PC 紫外可见分光光度计, DL-360 超声波仪 (35kHz, 浙江象山县石浦海天电子仪器厂)。

独尾草采自下野地垦区,经新疆药研所民族药研究室张彦富研究员鉴定为粗柄独尾草 *Eremurus inderiensis* (M. Bieb.) Regel。葡萄糖对照品(分析纯),其它试剂均为分析纯。

2 标准曲线的制备

精密称取干燥至恒重的葡萄糖对照品,配成浓度为 $1.002 \mu\text{g/mL}$ 的对照品溶液,精密吸取 0.10,

* 收稿日期: 2001-09-10

作者简介: 刘金荣 (1954-), 女, 河南淮阳人, 副教授, 主要从事天然药物的研究和分析。 Tel: 0993-2057159