

样品在 5 d内是稳定的, $RSD=2.54\%$ 。

2.6 精密度试验: 精密吸取供试品溶液 $2.0\mu\text{L}$, 在同板和异板上依法点样展开, 扫描测定, 结果前者 $RSD=0.87\%$ ($n=5$), 后者 $RSD=2.93\%$ ($n=5$)。

2.7 空白试验: 按处方比例制成不含黄连的长安升白颗粒, 按供试品制备方法制备及测定, 结果阴性对照无干扰。

2.8 加样回收率试验: 精密称取一定量的盐酸小檗碱对照品, 加到已知含量的样品中, 按上述方法制备供试品溶液, 依法测定, 结果平均回收率为 98.10% , $RSD=1.54\%$ ($n=5$)。

2.9 样品测定^[2]: 精密吸取供试品溶液 $2\mu\text{L}$, 对照

品溶液 $1\mu\text{L}$ 与 $4\mu\text{L}$, 交叉点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法测定, 测得 3批长安升白颗粒样品中盐酸小檗碱的含量分别为 $1.845, 1.940, 1.926\text{ mg/g}$ 。

3 讨论

经对供试品制备方法的研究表明, 超声 30 min 以上提取效果最好。本方法用于长安升白颗粒中盐酸小檗碱含量的测定, 简便、准确, 为控制该产品的质量提供了依据。

参考文献:

[1] 中国药典. 2000年版. 一部.

[2] 王宝鑫. 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.

HPLC法测定中药功能食品金奥立中总黄酮含量

贾淑杰¹, 张蓉¹, 李昌军^{2*}

(1. 天津市医药科学研究所, 天津 300070 2 天津市第四中心医院, 天津 302140)

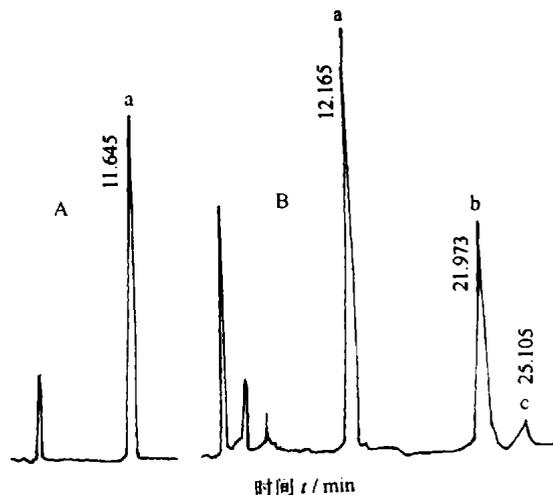
功能食品金奥立用于心脑血管疾病的保健, 主要成分是银杏叶提取物。目前国内有报道银杏叶提取物中槲皮素的含量的测定^[1,2]。随着中药功能食品逐渐被人们接受, 其内在质量控制变得十分必要。本实验采用酸水解法, 对生成的槲皮素、异鼠李素、山萘酚三种物质利用 HPLC法, 以槲皮素为对照品, 外标法测定, 然后按分子量比换算成总黄酮的含量。其结果准确度高, 重现性好, 操作性强, 可用于该产品的质量的控制。

1 仪器试剂及色谱条件

岛津 10A HPLC仪, SPD-10Avp紫外检测器, CTO-10Avp柱温箱, C-R8A积分仪; AE-240电子分析天平(瑞士梅特勒)。色谱柱 Hypersil ODS(250 mm×4.6 mm, $5\mu\text{m}$); 理论塔板数以槲皮素峰计算不低于 2500; 柱温 30°C ; 纸速 2 mm/min ; 检测波长 370 nm ; 流动相为甲醇-0.4%磷酸(450:550); 流速为 1.0 mL/min ; 槲皮素对照品, 购于中国药品生物制品检定所。水为重蒸馏水, 甲醇为色谱纯, 水解液为甲醇-蒸馏水-盐酸(7:2:1), 其余试剂均为分析纯。

2 实验方法及结果

2.1 标准曲线的制备: 精密称取槲皮素对照品约 5



A 槲皮素对照品 B 水解样品 a 槲皮素
b 山萘酚 c 异鼠李素

图 1 HPLC图谱

mg, 置于 50 mL量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度。分别精密吸取 1, 2, 3, 4, 5 mL置 25 mL容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀。分别进样 $20\mu\text{L}$, 以进样量为纵坐标, 峰面积为横坐标, 绘制标准曲线。结果表明, 当槲皮素浓度在 $0.080\sim 0.401\mu\text{g}$ 范围内其峰面积与进样量呈良好线性关系, 回归方程为 $Y=0.01340-4.324\times 10^{-7}X$, $r=0.9996$ 。

2.2 样品制备:将样品片剂 20片研成细粉,精密称取两份各约 50 mg,分别精密加入 50 mL的水解液,超声提取 20 min(40℃),取出放置至室温,过滤,弃粗滤液,精密吸取续滤液 25 mL于 50 mL的量瓶中,以甲醇定容至刻度,摇匀,过 0.45 μ m的滤膜即得供试品溶液。

2.3 重现性考察:取同一批号样品,按样品制备方法制备成供试品液,重复操作 5次,分别进样 20 μ L,以槲皮素、山奈酚、异鼠李素面积为指标,分别观察重复性,结果其峰面积的 RSD值分别为 0.80%, 0.27%, 2.10%。

2.4 精密度考察:取同一供试品,按上述色谱条件连续进样 5次,每次 20 μ L,以槲皮素、山奈酚、异鼠李素峰面积为指标,结果其 RSD分别为 0.48%, 0.37%, 1.74%。

2.5 稳定性考察:取一样品,按样品制备方法制成供试品液,0.5, 1, 2, 4, 8, 12 h分别进样 20 μ L,测定峰面积,结果槲皮素、山奈酚、异鼠李素峰面积 RSD分别为 0.64%, 1.9%, 2.5% ($n=6$)。

2.6 回收率测定:以槲皮素为测定指标,在已知含量样品溶液中分别加入槲皮素对照品溶液(约为已知样品中槲皮素量的 80%、100%、120%),配成供

试品液,再分别按上述色谱条件测定其含量,计算得平均回收率为 98.25%, RSD= 1.15% ($n=6$)。

2.7 样品测定:将样品制备成不同批号的供试液,测定峰面积,再换算总黄酮含量,总黄酮的含量=2.51(槲皮素+山奈酚+异鼠李素的量)^[3]。计算金奥立片剂中总黄酮的含量,结果见表 1。

表 1 金奥立片中总黄酮含量测量结果 ($n=3$)

批号	总黄酮的含量 (mg/片)
00210506	13.25
00210508	13.75

3 讨论

3.1 本品有效成分含量较少,采用酸水解超声波震荡提取方法有利于提取完全。

3.2 水解后样品中山奈酚的含量较高,若分别用槲皮素、异鼠李素和山奈酚 3个指标同时做对照品测定,结果会更合理,但由于山奈酚对照品无法购到,所以本实验只用槲皮素作对照,参照药典,换算出总黄酮的含量。

参考文献:

- [1] 张晓琦,陈颖怡. HPLC法测定银杏叶提取物中槲皮素的含量[J]. 色谱, 1994, 12(7): 302-303.
- [2] 王俊德,熊博晖,丛润滋. 用 HPLC法分析银杏黄酮时几个问题的探讨[J]. 分析化学, 1999, 27(9): 1076-1078.
- [3] 中国药典[S]. 2000年版. 一部.

紫外分光法测定知母总皂苷元的含量

梁卫文,赵邦爱,杨淑华*

(深圳太太药业股份有限公司,广东 深圳 518057)

知母为百合科植物知母 *Anemarrhena asphodeloides* Bge. 的干燥根茎,具有清热泻火,生津润燥,止渴除烦作用^[1,2]。知母总皂苷元是知母药材经水提取精制而成,能明显降低衰老小鼠脑 β 受体-cAMP系统的反应性,重现知母的下调作用^[3],并且能提高衰老小鼠脑内受体密度^[4]。深圳太太药业股份有限公司已经将知母皂苷元开发成为一个中药二类新药,主治现代医学中早、中期老年痴呆症及脑功能减退(学习、记忆减退或某些性格改变)等症。为控制该药品的内在质量,本实验采用分光光度法测定知母总皂苷元含量,方法简单、快速、重现性好,结果满意。

1 仪器与试剂

SHIMADZU UV-2401PC紫外-可见分光光度仪。试剂均为分析纯,菝葜皂苷元对照品(含量测定用,由中国药品生物制品检定所提供);所有供试品均为深圳太太药业股份有限公司自制。

2 实验方法

2.1 对照品溶液的制备:精密称取菝葜皂苷元对照品 16.8 mg,置 100 mL量瓶中,加无水乙醇适量,水浴加热 10 min并振摇使溶解,放冷,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2 标准曲线的制备:精密量取对照品溶液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mL分别置 25 mL量瓶中,各精

* 收稿日期: 2001-10-03

作者简介:梁卫文(1968-),男,贵州毕节人,工程师,执业药师,理学硕士,1992年毕业于中山大学生物系,主要从事新药开发研究工作。

Tel (0755) 6968888-290