些水溶性杂质 (色素、糖等)很好分开,而 D301R树脂中栀子苷都集中在醇洗脱液中,水溶液中无栀子苷,因此 D301R树脂可用来分离栀子苷。

3.2 从洗脱液的颜色来看, D301R柱的醇洗液呈浅黄白色,其他三者则为黄色甚至深黄色, D301R柱明显比其他三柱浅,这一点对制剂生产的色泽控制也是非常有利的。

3.3 虽然有文献报道氧化铝柱层析法对栀子苷的分离有较好的效果,但氧化铝价格较高,在生产上的应用有一定的局限性,而大孔树脂的应用在中成药制剂研究中日趋成熟,应用前景广泛。

参考文献:

[1] 王钢力,陈德昌,赵淑杰. 栀子属植物化学成分研究进展 [J]. 中国中药杂志, 1996, 21(2): 67-72.
[2] 李立荣. TLC及柱层析分离栀子苷的比较 [J]. 中成药, 1999, 21(12): 645-647.
[3] 朱 浩,侯世祥. 大孔吸附树脂吸附纯化不同中药有效部位特性研究 [J]. 中国中药杂志. 1998, 23(10): 607-609.

毛细管电泳法测定灯盏花及提取物中灯盏花乙素含量

饶 毅[1],魏惠珍[2],王义明[1],罗国安[1*]
(1. 清华大学 分析中心,北京 100084; 2. 南方电动工具厂医院,江西 南昌 330029)

摘 要: 目的 建立灯盏花药材和灯盏花提取物 (灯盏花素)中灯盏花乙素的含量测定方法。方法 采用高效毛细管电泳法,缓冲液为 40 mmol/L硼砂 (pH 8.50,磷酸调节),未涂层石英毛细管 (57 cm× 50μm),分离电压 20 kV,检测波长 280 nm。结果 灯盏花乙素线性范围 0.1~ 4.0 mg/mL(r= 0.998 5),回收率大于 98.0%。结论 方法简便、快速,准确,可用于灯盏花药材和灯盏花素的质量控制。

关键词: 毛细管电泳;灯盏花;灯盏花素;灯盏花乙素
中图分类号: R286.02 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2002)09-0796-03

Determination of scutellarin in *Erigeron breviscapus* and its extract by capillary electrophoresis

RAO Yi[1], WEI Hui-zhen[2], WANG Yi-ming[1], LUO Guo-an[1]
(1. Analysis Center, Tsinghua University, Beijing, 100084, China; 2. Hospital of Nanfang Electric-tools Factory, Nanchang 330029, China)

Abstract **Object** To develop a method for the determination of scutellarin in *Erigeron breviscapus* (Vant.) Hand.-Mazz. and its extract (dengzhanhuasu) by capillary electrophoresis. **Methods** Separation was carried out in an uncoated fused silica capillary 57 cm× 50μm (ID). Meanwhile, a running voltage 20 kV, 40 mmol/L borax (pH 8.50 with H_3PO_4) buffer and a UV detector at 280 nm were adopted. **Results** The calibration curve showed good linearity over the range of 0.1-4.0 mg/mL (*r*= 0.998 5). The average recovery was higher than 98.0%. **Conclusion** The method is proved to be simple, rapid and accurate, and can be used for quality control of *E. breviscapus* and its extract (dengzhanhuasu).

Key words capillary electrophoresis; *Erigeron breviscapus* (Vant.) Hand.-Mazz.; dengzhanhuasu; scutellarin

灯盏花是菊科植物短葶飞蓬 *Erigeron breviscapus* Hand.-Mazz.的全草,主要成分为黄酮类化合物,其中以灯盏花乙素含量最高[1,2],具有降低脑血管阻力,增加脑血流量、溶解血栓、改善脑血液流变学及抗血小板凝集、抑制 PKC过度激活、抑制 EAA氨基酸胞外堆积和细胞内钙超载、防止氧自由基生成增加等作用。临床上用于治疗高血压、脑血栓等心脑血管疾病[3-5]。

对灯盏花的提取物的定量现行标准为紫外分光光度法[6]。随着高效毛血管电泳法在药物分析中的应用越来越广泛,《中华人民共和国药典》2000年版已正式收载此方法。本实验首次采用毛细管电泳法

* 收稿日期: 2002-01-17
基金项目: 国家重点基础研究发展规划项目 (973项目) (G1999054404)
作者简介: 饶 毅 (1964-),男,江西南昌人,副教授,生命分析化学专业博士研究生,研究方向为药物质量控制与新药开发。
Tel (010) 62772265
* 通讯作者: Tel 010-62781688 E-mail GALUO@chem.tsinghua.edu.cn

建立了分离和检测灯盏花药材及提取物中的灯盏花乙素的方法,结果表明该方法操作简便,结果准确、稳定、可靠,分析成本低,可满足药物分析的要求。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂: P/ACE5500毛细管电泳仪 (美国 Beckman公司), UV检测器; Gold软件控制仪器和数据采集;灯盏花药材和提取物 (云南制药厂提供); 对照品: 灯盏花乙素 (Detla,香港天然有机化合物信息中心提供),芦丁 (中国药品生物制品检定所);硼砂、磷酸均为分析纯,二次重蒸馏水。

1.2 电泳条件: 未涂层石英毛细管 (河北永年光导纤维厂生产)总长度 57 cm,有效程度 50 cm,内径 50 μm; 分离电压 20 kV; 40 mmol/L 硼砂 (pH 8.50,磷酸调节)为缓冲液;压力进样 2 s;检测波长为 280 nm;操作温度 25℃;每次进样前分别用 0.1 mol/L HCl, NaOH和缓冲液冲洗 5 min。

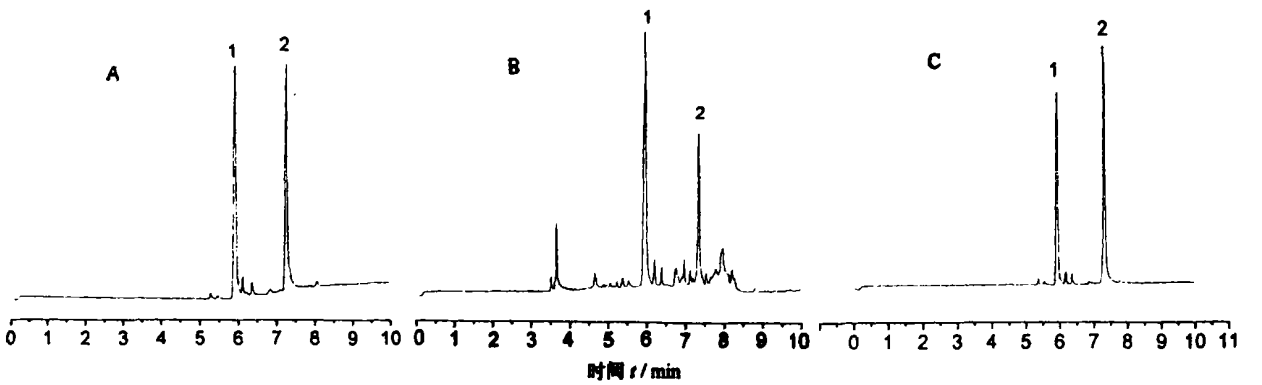
1.3 对照品和内标溶液的配制: 取灯盏花乙素对照品适量,用缓冲液溶解,定容,使浓度为 10 mg/mL,即得对照品溶液。取内标芦丁对照品适量,用缓冲液溶解,定容,使浓度为 5.0 mg/mL,得内标溶液。

2 结果

2.1 标准曲线和线性范围: 分别取对照品溶液 0.1, 0.25, 1.0, 1.5, 2.0, 4.0 mL,置 5 mL量瓶中,各加内标溶液使其浓度为 2.50 mg/mL,用缓冲液稀释至刻度,按选定的电泳条件测定,所得的灯盏花乙素峰面积与内标峰面积的比值 (Y)和灯盏花乙素对照品的浓度 (C),作回归曲线,线性范围为 0.1~4.0 mg/mL,回归方程为: Y= 0.011 1+ 0.457 4C, r= 0.998 5。

2.2 样品测定: 取灯盏花药材,研细,精密称取 1.106 4 g,置索氏提取器中,加 60 mL石油醚 (30℃~60℃),回流 1 h,挥干石油醚 加甲醇 60 mL,提取至无色,放置至室温,提取液转至蒸发皿中,蒸发至干,残渣用缓冲液溶解,并转至 2 mL量瓶中,加内标液使其浓度为 2.50 mg/mL,加缓冲液至刻度。摇匀,滤过,缓滤液即为灯盏花药材供试品溶液。

精密称取灯盏提取物适量,置 5 mL量瓶中,加缓冲液适量,超声 10 min,加内标液使其浓度为 2.50 mg/mL,加缓冲液至刻度。摇匀,滤过,续滤液即为灯盏花提取物供试品溶液。色谱图见图 1。



A灯盏花提取物 B灯盏花药材 C灯盏花乙素+芦丁 (内标) 1芦丁 2灯盏花乙素

图 **1** 样品和对照品电泳图谱

测得灯盏花药材中灯盏花乙素的含量为 5.7 mg/g, 3批灯盏花提取物中灯盏花乙素的含量分别为 92.7% (RSD= 2.9%, n= 3), 93.5% (RSD= 2.7%, n= 3)和 95.4% (RSD= 2.6%, n= 3)。

2.3 精密度试验: 同一批灯盏花药材和灯盏花提取物供试品溶液,重复进样,测定其灯盏花乙素含量,计算 RSD (n= 6),灯盏花药材为 2.6%,灯盏花提取物为 2.4%。

2.4 重现性试验: 同一份灯盏花药材和灯盏花提取物样品,按样品测定方法,分别测定 6份,计算 RSD (n= 6),灯盏花药材 3.0%,灯盏花提取物为 2.6%。

2.5 稳定性试验: 同一份灯盏花药材和灯盏花提取物供试品溶液,于不同时间进样,测定其灯盏花乙素含量。实验结果表明,灯盏花药材和灯盏花提取物供试品溶液在 6 h内所测结果一致,稳定。

2.6 回收率试验: 采用加样回收法,取 5份已测定含量的灯盏花药材和提取物,加入一定量的灯盏花乙素对照品,按上述选定实验条件测定,结果平均回收率灯盏花药材为 98.45% (RSD= 2.9%, n= 5)和提取物为 99.14% (RSD= 2.7%, n= 5)。

3 讨论

3.1 内标物的选择: 为提高定量的精密度,采用了内标法。尝试了多种黄酮类化合物,最后发现常用的芦丁对照品,在本实验条件下,可与样品峰有很好的

基线分离,而且峰型对称、尖锐,故定芦丁为内标,进样浓度为 2.50 mg/mL。

3.2 检测波长的选择: 从灯盏花乙素对照品的紫外吸收光谱可见,在 280 nm处有最大吸收,内标物芦丁在此波长也有很大的吸收,最后定检测波长为 280 nm。

3.3 缓冲液 pH值的影响: 灯盏花乙素为黄酮类化合物,带有多个酚羟基,具有弱酸性,毛细管电泳的缓冲液条件摸索主要在 pH值 7~9弱碱性范围进行。实验分析,在 pH值 8.5~9.0时,灯盏花乙素峰可以得到很好的分离,但在 pH值 8.5时,灯盏花乙素峰高较 pH值 9.0大很多,故选择缓冲液的 pH值为 8.5摸索了分别用磷酸、硼酸和盐酸调节 pH值,实验中发现,用磷酸和硼酸虽均可使样品得到分离,但由于硼酸酸性较弱,需加入的量较大,出峰也稍延长,最终选择了磷酸作为 pH值调节剂。

3.4 缓冲液盐的种类和浓度的影响: 摸索了磷酸盐、柠檬酸盐和硼酸盐,试验中发现用磷酸盐、柠檬酸盐为缓冲液时,样品的所有峰均出现明显的拖尾现象,而采用硼酸盐时,峰型对称,尖锐,符合药典对药物分析的要求。摸索了缓冲液的浓度 20~80 mmol/L,当浓度较低时,分离时间延长,峰形变宽;当浓度较高时,分离时间虽短,但不能基线分离,最后选择了 40 mmol/L硼酸盐的浓度。

3.5 分离电压的选择: 试验中摸索了电泳电压对分离的影响。当电压太低时,分离时间过长,当电压太高时,分离基线不稳,经试验确定,当电压为 20 kV时,基线平稳,10 min内样品分离完全。

参考文献:

[1] 张卫东,陈万生,王永红,等. 灯盏花黄酮苷化学成分的研究[J]. 中草药, 2000, 21(8): 565-566.
[2] 张卫东,陈万生,王永红,等. 灯盏细辛化学成分的研究[J]. 中国药学杂志, 2001, 36(4): 233-235.
[3] 闵连秋,袁 静,赫 春,等. 灯盏花素治疗急性脑梗死的临床研究[J]. 辽宁中医杂志, 2001, 28(2): 84-85.
[4] 丁国华. 灯盏花素药理研究和临床应用进展[J]. 时珍国医国药, 1999, 10(4): 303-304.
[5] 王锦平,王永铭. 灯盏细辛药理作用的研究[J]. 中成药研究, 1985, 7(12): 25-26.
[6] 卫生部中药标准[S]. WS3-B-3822-98.

黄精赞育胶囊质量标准的研究

杨南松,孙照普,王玉庆*
(扬州龙凤药业有限公司,江苏 扬州 225009)

摘 要: 目的 建立黄精赞育胶囊的质量控制标准。方法 采用薄层色谱法对制剂中的何首乌、五味子、枸杞子、淫羊藿、当归、蛇床子进行定性鉴别,并采用 HPLC法对制剂中的君药何首乌中大黄素进行含量测定。结果 大黄素的平均回收率为 96.84%, *RSD*= 1.04% (*n*= 6)。结论 该法灵敏、简便、准确和重现性好,可作为该制剂的质量控制标准。

关键词: 黄精赞育胶囊;薄层色谱;大黄素;高效液相色谱法
中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)09-0798-03

Studies on quality standard of HUANGJING ZANYU CAPSULE*

YANG Nan-song, SUN Zhao-pu, WANG Yu-qing
(Yangzhou LONGFENG Pharmaceutical Co., Ltd., Yangzhou 225009, China)

Key words HUANGJING ZANYU CAPSULE; TLC; emodin; HPLC

* HUANGJING ZANYU CAPSULE consists of *Radix Polygoni Multiflori*, *Fructus Lycii*, *Fructus Schisandrae*, *Herba epimedii*, *etc*. It has the function of tonifying the kidney and replenishing essence.

黄精赞育胶囊是由何首乌、枸杞子、五味子、淫羊藿等药材组成,具有补肾填精,清热利湿的功效,用于肾虚精亏夹湿热型弱精子症、少精子症引起的男性不育。为控制药品质量,本研究对枸杞子、淫羊藿等 6味组分进行了薄层鉴别,采用 HPLC法测定组方的君药何首乌总蒽醌中大黄素含量。该方法灵敏、简便、准确、重现性好,可作为产品的质量标准。

1 仪器与材料

* 收稿日期: 2002-02-27
作者简介: 杨南松(1962-),男,上海人,工程师,1984年毕业于南京中医药大学药学院,1984~1994年在扬州天康药业有限公司从事新药开发和技术质量管理工作,1995年至今在扬州龙凤药业有限公司从事中药质量标准的研究和中药新药的开发。 Tel: 0514-7893767