

分离;以乙腈-0.5% 醋酸(20 : 80)作流动相,能使丹酚酸 B 不受其他成分的干扰。

6.2 在样品处理过程中,丹参素、原儿茶醛和丹酚酸 B 的萃取回收率与溶液 pH 值密切相关。实验表明,用 1 mol/L HCl 调节样品溶液 pH= 1.2 时萃取回收率高,当 pH 高于或低于 1.2 时均会使萃取回收率变低。

6.3 从各样品的含量测定结果可见,复方丹参中丹参的水溶性成分以丹酚酸 B 含量为最高,其次是丹参素,然后是原儿茶醛。

6.4 由新制样品与 4 放置 4 个月的样品中丹参水溶性成分的含量差异可见,不同配比的 6 个组方

中,丹参水溶性成分的稳定性随着处方中三七用量的增加而增强,提示三七可提高丹参水溶性成分的稳定性。

6.5 就同一时间配制的 6 种不同配比样品而言,其中含有的丹参水溶性成分并非按设定比例呈线性变化,而是与三七的配伍存在某种关系,具体还有待进一步探讨。

参考文献:

- [1] 罗晓健,毕开顺,周书余,等. 复方丹参片的研究概况[J]. 中成药,2001,23(5): 371-374.
- [2] 刘小清,罗宪堂,欧阳小安. 复方丹参剂型研究简况[J]. 时珍国医国药,2001,12(5): 474-475.
- [3] 中国药典[S]. 2000 年版. 一部.

糖脂康胶囊质量标准的研究

王燕萍¹, 马 潇², 李 平¹, 张伯崇^{2*}

(1. 兰州医学院第一附属医院 药剂科, 甘肃 兰州 730000; 2. 甘肃省药品检验所, 甘肃 兰州 730000)

糖脂康胶囊由大黄、黄芪、丹参、白术、山药、山茱萸等数味中药制成,具有益气健脾、滋阴补肾、清热生津之功效,适用于各类糖尿病及高血脂症的治疗,临床应用安全有效。为了更好地控制产品的内在质量,本实验采用 TLC 法对制剂中大黄、黄芪、丹参、白术进行了定性鉴别,采用 HPLC 法对制剂中大黄的主要有效成分大黄素、大黄酚进行了含量测定。

1 仪器与试药

SP-8800 型高效液相色谱仪, SP-200 型检测器, SP-4400 型数据处理机(美国光谱物理公司)。

大黄素、大黄酚、黄芪甲苷、丹参酮 A 对照品, 大黄、丹参、白术对照药材均由中国药品生物制品检定所提供。糖脂康胶囊(批号 990909、990917、990919)由兰州医学院第一附属医院药剂科提供。甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱鉴别

2.1.1 大黄的薄层色谱鉴别:取本品内容物 0.5 g, 研细,加甲醇 20 mL,超声处理 20 min,滤过,取续滤液 5 mL,按文献方法^[1]制备供试品溶液、对照药材溶液和大黄素对照品溶液,进行 TLC 鉴定。结果见

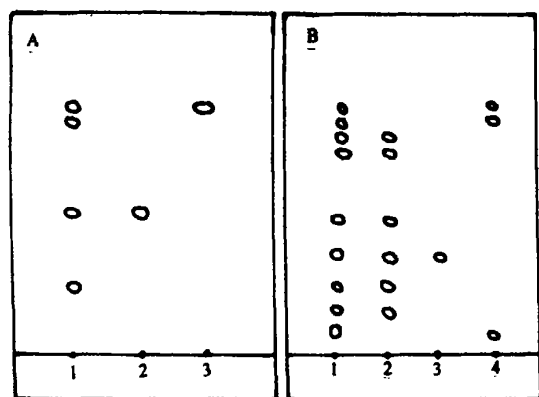
图 1-B。供试品色谱中,在与对照药材及对照品色谱相应的位置上显相同颜色的荧光斑点。阴性试验无干扰。

2.1.2 黄芪的薄层色谱鉴别:取本品内容物 1 g, 研细,加正丁醇 20 mL,加热回流 2 h,滤过,滤液用 1% 氢氧化钠溶液洗涤 3 次,每次 10 mL,弃去碱液,再用正丁醇饱和的水洗至中性,弃去水层,正丁醇液置水浴上蒸干,残渣加甲醇 2 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品,加甲醇制成 1 mg/mL 的溶液作为对照品溶液。吸取上述两种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(65 : 35 : 10)10 : 以下放置分层的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,于 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。结果见图 1-A。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。阴性试验无干扰。

2.1.3 丹参的薄层色谱鉴别^[2]:取本品内容物 1 g, 研细,加乙醚 10 mL,超声处理 20 min,滤过,滤液蒸干,残渣加醋酸乙酯 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取丹参对照药材 1 g,同法制成对照药材溶液。再取丹参酮 A 对照品,加醋酸乙酯制成 2 mg/mL 的溶液作为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 5

* 收稿日期: 2001-12-03

作者简介:王燕萍(1975-),女,甘肃兰州人,药师,现正在兰州医学院攻读硕士学位,从事药物制剂及其药物分析工作。Tel: (0931) 8625260-6579

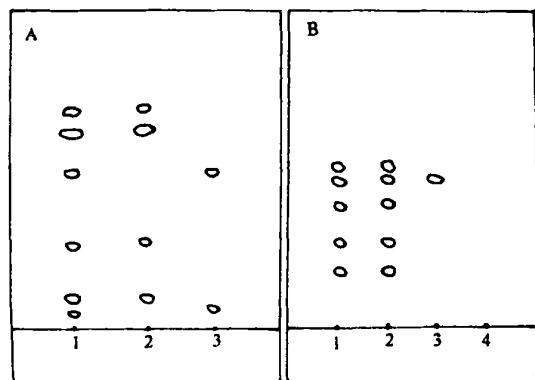


1-供试品 2-黄芪甲苷对照品 1-供试品 2-大黄对照药材
3-阴性对照 3-大黄素对照品 4-阴性对照

图 1 黄芪(A)和大黄(B)的 TLC 图谱

μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90 $^{\circ}\text{C}$)-醋酸乙酯(8:2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干。结果见图 2-B。供试品色谱中, 在与对照药材及对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。阴性试验无干扰。

2.1.4 白术的薄层色谱鉴别: 取本品内容物 1 g, 研细, 加正己烷 10 mL, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液浓缩至 2 mL, 作为供试品溶液。另取白术对照药材 0.5 g, 同法制成对照药材溶液。吸取上述 2 种溶液各 10 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90 $^{\circ}\text{C}$)-醋酸乙酯(50:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 于 105 $^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点显色清晰。结果见图 2-A。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 并应显有一桃红色主斑点(苍术酮)。阴性试验无干扰。



1-供试品 2-白术对照药材 1-供试品 2-丹参对照药材
3-阴性对照 3-丹参酮 A 对照品 4-阴性对照

图 2 白术(A)和丹参(B)的 TLC 图谱

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件与系统适用性试验: 色谱柱 YWG

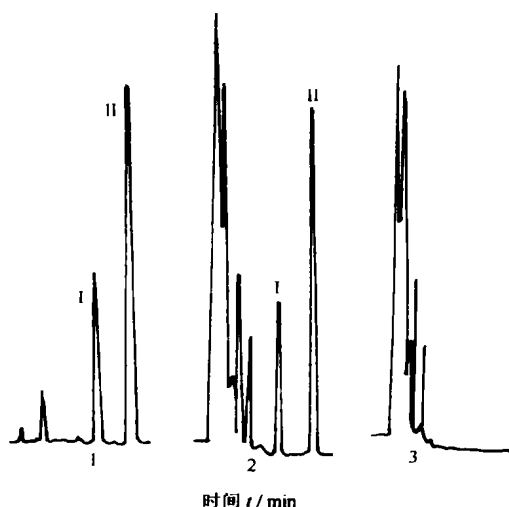
C₁₈(4.6 mm $\times$ 250 mm, 10 μm) (中国科学院大连化学物理研究所); 流动相: 甲醇-0.1% 磷酸溶液(85:15); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 254 nm; 柱温: 室温; 进样量: 10 μL ; 理论塔板数按大黄素计, 应不低于 2 000。

2.2.2 对照品溶液的制备: 精密称取大黄素、大黄酚适量, 加甲醇制成含大黄素 0.009 mg/mL、大黄酚 0.033 mg/mL 的混合溶液, 作为对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备: 取 10 粒本品内容物, 研细, 混匀, 精密称取 1 g, 置 50 mL 锥形瓶中, 精密加甲醇 25 mL, 称定质量, 水浴回流 30 min, 放冷, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 10 mL, 置圆底烧瓶中, 挥去甲醇, 残渣加 2.5 mol/L 硫酸溶液 10 mL 使溶解, 再加氯仿 20 mL, 水浴回流 1 h, 冷却, 移至分液漏斗中, 用少量氯仿洗涤圆底烧瓶, 并入分液漏斗中, 分取氯仿层, 酸液用氯仿振摇提取 3 次, 每次 10 mL, 合并氯仿液, 挥去氯仿, 残渣加甲醇溶解, 移至 10 mL 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μm) 滤过, 作为供试品溶液。

2.2.4 阴性对照溶液的制备: 按处方比例称取除大黄外的其他药材, 依法制备阴性对照溶液。

2.2.5 干扰试验: 照上述色谱条件, 吸取供试品溶液、对照品溶液、阴性对照溶液各 10 μL , 分别注入液相色谱仪。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 有相同保留时间的色谱峰, 而阴性对照色谱在此保留时间无干扰, 证明本法可行(图 3)。



1-对照品 2-样品 3-阴性对照 -大黄素 -大黄酚

图 3 HPLC 图谱

2.2.6 线性关系考察: 精密吸取 2, 4, 6, 8, 10 μL 对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 测定峰面积。以峰

面积(Y)为横坐标, 大黄素、大黄酚量(X)为纵坐标, 绘制标准曲线, 计算得回归方程为:

大黄素: $X = 4.3709 \times 10^{-7}Y + 3.4384 \times 10^{-4}$,
 $r = 0.9998$, 线性范围: $0.018 \sim 0.090 \mu\text{g}$;

大黄酚: $X = 2.6575 \times 10^{-7}Y + 4.8197 \times 10^{-4}$,
 $r = 0.9999$, 线性范围: $0.066 \sim 0.330 \mu\text{g}$ 。

2.2.7 稳定性试验: 照上述色谱条件, 每隔 2 h 注入供试品溶液 $10 \mu\text{L}$, 记录峰面积, 结果表明, 供试品溶液在 8 h 内基本稳定, 大黄素 RSD 为 1.8%, 大黄酚 RSD 为 2.0%。

2.2.8 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 $10 \mu\text{L}$, 重复进样 5 次, 测定峰面积, 结果大黄素 $RSD = 0.8\%$, 大黄酚 $RSD = 1.0\%$ 。

2.2.9 回收率试验: 采用加样回收法, 取批号为 990917 的样品 1 g (5 份), 精密称定, 分别精密加入大黄素、大黄酚对照品溶液适量, 按 2.2.3 项下操作, 依法制备、进样、测定峰面积, 计算回收率, 结果

大黄素和大黄酚的平均回收率及其 RSD 分别为 97.4%、1.1%、98.3%、1.2% ($n = 5$)。

2.2.10 样品测定: 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 $10 \mu\text{L}$, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积, 以外标法计算样品中大黄素与大黄酚的总含量, 结果见表 1。

表 1 糖脂康胶囊中有效成分测定结果($n = 3$)

批号	大黄素、大黄酚总含量(mg/粒)	$RSD(\%)$
990909	0.22	0.7
990917	0.17	1.0
990919	0.26	0.6

3 讨论

本实验建立的定性鉴别与含量测定方法简便、快捷、准确, 可用于糖脂康胶囊的质量控制。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 2000 年版. 一部.
- [2] 刘敏彦, 王超, 王玉峰. 丹参中丹参酮 A 层析条件改进分析[J]. 中成药, 2001, 23(7): 527-528.

RP-HPLC 法测定山楂叶中牡荆素的含量

胡光祥, 於洪建, 邵云东, 方立军*

(天津市尖峰天然产物研究开发有限公司, 天津 300402)

山楂叶系蔷薇科植物山里红 *Crataegus pinnatifida* Bge var. *Major* N. E. 或野山楂 *C. cuneata* Sieb. et Zucc. 的干燥叶。具有明显的降血压, 保护心肌和正性肌力的作用^[1,2]。山楂叶中含有黄酮类化合物, 而牡荆素是黄酮类化合物中有效天然活性成分之一^[3]。因此, 本研究采用 HPLC, 以外标峰面积法对山楂叶及山楂叶提取物中的牡荆素进行定量测定。

1 仪器与试药

LC-10ATVP 高效液相色谱仪(SHIMADZU), SPD-10AVP 紫外检测仪(SHIMADZU), SSI 色谱工作站, UV-2401 紫外扫描仪(SHIMADZU); 牡荆素对照品(ChromaDex Inc.), 山楂叶购自河北省安国药材市场, 甲醇与乙腈为优级纯, 其他试剂均为分析纯, 水为双蒸水。

2 方法和结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 Phenomenex C₁₈

(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相为水-乙腈(80/20); 流速为 1.0 mL/min; 检测波长为 268 nm。

2.2 对照品溶液配制: 精密称取在 80 °C 减压干燥 2 h 的牡荆素对照品适量, 加甲醇配制成 8.9 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液, 摇匀, 即得。

2.3 样品溶液配制: 取经粉碎、80 °C 减压干燥 2 h 山楂叶粉末, 精密称取 0.15 g, 置 50 mL 容量瓶中, 加甲醇适量, 超声提取 1 h, 放置至室温, 用甲醇补足至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 检测波长的选择: 经紫外扫描确定牡荆素仅在 268 nm 处有最大吸收, 故检测波长定为 268 nm。

2.5 标准曲线的绘制: 取上述对照品溶液, 分别以 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0, 12.0 μL 进样分析, 按上述色谱条件, 测定吸收峰面积, 以峰面积为纵坐标, 以对照品溶液进样量为横坐标作图, 得到一曲线, 其回归方程为 $Y = 12690X + 1919.3$, $r = 0.9995$ 。表明牡荆素进样量在 0.0178 ~ 0.1068 μg 范围内线性

* 收稿日期: 2001-12-07

作者简介: 胡光祥(1976-), 男, 安徽霍邱人, 2000 年毕业于天津中医学院中药学专业, 主要从事天然产物研究与检测。Tel: (022) 26723305 E-mail: tjhf@public.com.cn