

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 II_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: tj@public.com.cn

关系良好。

2.6 精密度试验:精密吸取对照品溶液 10 μ L,重复进样 6次,分别测定峰面积值,计算得 $RSD=1.53\%$ 。

2.7 重现性试验:取同一批次样品,按既定方法配制,得样品溶液 5份,进样测定,计算得 $RSD=2.06\%$ 。

2.8 稳定性试验:取样品溶液 1份,每隔 24 h 进样测定 1次,连续进样 5次,测定峰面积值,其 $RSD=1.25\%$ 。

2.9 加样回收率试验:取同一已知含量的山楂叶样品粉末,精密称取 5份,分别准确加入不同浓度的对照品溶液,各份均以样品测定项下方法测定,计算得平均回收率为 98.47%, $RSD=2.15\%$ ($n=5$)。

2.10 样品测定:取本公司生产的山楂叶提取物样品按样品溶液配制项下配制样品溶液,取 10 μ L注入高效液相色谱仪,计算吸收峰面积,外标法计算牡荆素含量,见表 1

表 1 山楂叶中牡荆素含量 ($n=5$)

批号	牡荆素含量 (mg/g)	$RSD(\%)$
20010528	8.705	1.93
20011025	7.912	1.41

3 讨论

3.1 在试验过程中,对流动相的选择,发现本体系的分离效果好,方法简便,易于试验操作。

3.2 本方法可以作为山楂叶中牡荆素含量的测定标准。

3.3 目前国外部分公司以牡荆素作为山楂叶提取物的主要指标,其含量要求 2%左右;国内以生产 2%牡荆素为指标的山楂叶提取物厂家的产品,经笔者试验发现牡荆素含量远远未达到其指标要求

参考文献:

[1] 杨利平,王春霖,王水利,等.山楂叶提取物对家兔血小板聚集和大鼠实验性心肌缺血的影响[J].中草药,1993,24(9):482-483.

[2] 江苏新医学院.中药大辞典[M].上海:上海科学技术出版社,1986.

[3] 中国科学院上海药物研究所.中草药有效成分提取与分离[M].第二版.上海:上海科学技术出版社,1983.

淫羊藿苷工业化生产工艺的研究

韩泽民,黄仁泉,代维正*

(西安高科实业股份公司天诚生物医药工程分公司,陕西 西安 710075)

淫羊藿苷来源于小檗科 (Berberidaceae)淫羊藿属 (*Epimedium*)植物,是一种 8异戊烯基黄酮苷类化合物,具有多种生理活性^[1]。国内外对淫羊藿苷研究报道的较多^[1~5],但以淫羊藿苷为指标的淫羊藿提取物生产工艺报道较少。本实验采用 HPLC检测方法,以淫羊藿苷为指标,对淫羊藿提取物生产工艺进行了研究

1 仪器与材料

日本岛津 LC-10A液相色谱仪,SPD-10A紫外检测器,KQ-250型超声清洗器(昆山市淀山湖检测仪器厂生产),DM 130大孔吸附树脂(山东鲁抗药业有限公司),双重蒸馏水,乙腈(色谱纯,二级),其他试剂为工业纯

淫羊藿药材经公司研究所鉴定,为 *E. brevicornu Maxim.*。淫羊藿苷对照品由中国药品生物制品检定所提供

2 实验部分

2.1 检测方法 (HPLC)^[6]:色谱柱: Zorbax SB-C₁₈ (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m);柱温: 25 $^{\circ}$ C;流动相: 甲醇-水-磷酸 (60: 40: 1);流速: 1.0 mL/min;检测波长: 270 nm;进样量: 10 μ L;灵敏度: 0.01 AUFS

2.2 提取

2.2.1 提取溶剂选择:根据文献报道^[6,7],分别取 50 g 淫羊藿干燥原料(粉碎料,地上部分,包括茎叶),乙醇或水各提取 3次 (1 h 次) 提取液分别浓缩烘干,干物质 HPLC检测,结果见表 1

表 1 乙醇提取与水提取效果的对比 (%)

溶剂	提取物产率	提取物淫羊藿苷含量	折原料中淫羊藿苷含量
乙醇	25.3	4.9	1.24
水	32.5	3.8	1.22

结果表明:乙醇提取效果与水提效果没有明显差异,因此工业化生产应用水提取更为可行。

* 收稿日期: 2001-11-26
作者简介: 韩泽民 (1974-),男,吉林省临江市人,助理工程师,1998年毕业于吉林农业大学药用植物专业,现就职于西安高科实业股份公司天诚生物医药工程分公司,研究方向为天然植物有效成分的标准化提取分离和中药同代化应用工程。Tel (029) 8311380-111 Fax (029) 8318458 E-mail hzm8202002@yahoo.com.cn