

阿米醇苷的含量,方法简便快速,结果可靠,可作为辛夷鼻炎丸的质量控制方法。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol I .
[2] Chen F K. *Determination of Active Composition in Common Traditional Chinese Medicine* (常用中草药有效成分含量测定) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1997.

中药辛夷质量标准研究 ——比色法测定辛夷中总黄酮的含量

王 琪,李洪玲*

(石河子大学药学院,新疆 石河子 832002)

挥发油是中药辛夷中主要有效成分之一,并且也一直作为辛夷生药的质量控制指标,《中华人民共和国药典》2000年版又把木兰脂素作为辛夷生药的另一质量控制指标,但一些成药和制剂对辛夷的成分一直没有可靠的质量控制指标。辛夷除了含挥发油、木脂素外,还有黄酮类、生物碱及萜类成分^[1]。现代药理实验表明^[2],辛夷的醇提物具明显的抑菌、扩张血管、降血压及对血小板聚集和血栓形成起抑制作用等药理活性,而仅以挥发油或木脂素作为质量控制指标,不够全面,因此有必要通过多指标综合分析该类药材的质量。为此我们建立了比色法测定辛夷中总黄酮含量方法,并对该方法进行了考察,该法简便、快速、稳定性较好,可用于辛夷中总黄酮的测定。

1 材料、仪器和试剂

自西安市万寿路药材市场购得多份辛夷药材,分别为望春玉兰 *Magnolia biondii* Pamp.、武当玉兰 *M. sprengeri* Pamp.的花蕾;自西安市植物园采得玉兰 *M. denudata* Desr.的花蕾。以上材料均经西安交通大学药学院生药室李映丽教授鉴定。将材料阴干,粉碎,过3号筛备用。

752型紫外光栅分光光度计(上海第三分析仪器厂),TG328B型光学分析天平(上海天平仪器总厂),电热恒温水浴锅(北京长安科技仪器厂)。

芦丁对照品(0080-9705)由中国药品生物制品检定所提供,所用试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 对照品、供试品溶液的制备^[3]

2.1.1 对照品溶液制备:精密称取芦丁 10.26 mg,

用甲醇定容于 10 mL 容量瓶中,精密吸取 5 mL 置 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得 0.102 6 mg/mL 对照品贮备液。

精密吸取对照品溶液 1 mL 置 25 mL 容量瓶中,加入蒸馏水 8 mL;加入 5% 亚硝酸钠 0.5 mL,放置 6 min;加入 1% 硝酸铝溶液 1 mL,放置 6 min;加入 4% 氢氧化钠溶液 8 mL,用蒸馏水定容至刻度,摇匀,备用。

2.1.2 供试品溶液制备:精密称取 5 g 辛夷药材粉末置索氏提取器中,加石油醚 120 mL,加热回流至提取液无色,放冷,弃去石油醚液,残渣加甲醇 40 mL,加热回流 4.5 h(经考察黄酮类物质已提取完全),提取液过滤,置 50 mL 容量瓶中,以甲醇定容至刻度,精密吸取 1 mL 于 25 mL 的容量瓶中,依 2.1.1 项下方法显色,备用。

2.2 检测波长的选择:取对照品、供试品溶液适量,于 400~600 nm 波长扫描。对照品溶液与供试品溶液在 510 nm 处均有最大吸收,故确定 510 nm 为检测波长。

2.3 线性关系的考察:精密吸取对照品贮备液 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0 mL,按 2.1.1 项下方法显色,放置 15 min,用空白作对照,在 510 nm 处测定。以吸光度值为纵坐标,浓度为横坐标进行回归,得方程 $Y = 2.86X + 0.0437$, $r = 0.9975$ 。线性范围为 4.104~32.83 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.4 重复性试验:精密称取 5 份望春玉兰药材样品适量,制备供试液测定,吸光度值的 RSD 为 2.23%。

2.5 稳定性试验:精密称取望春玉兰药材样品适

* 收稿日期:2002-09-18

作者简介:王 琪(1968—),男,新疆石河子人,硕士学位,讲师,从事天然药物的资源调查及开发利用。

Tel: (0993) 2057159 E-mail: wangqi681015@163.com

量,制备供试液,每隔 20 min 测定其吸光度,在 2 h 内基本稳定, RSD 为 2.48%。

2.6 精密性试验:精密称取望春玉兰药材样品适量,制备供试液,测定 5 次,吸光度值 RSD 为 0.37%。

2.7 回收率试验:称取已知含量的辛夷药材样品适量(5 份),加入芦丁对照品适量,制备供试液,进行测定,平均回收率为 100.65%, RSD 为 2.18%。

2.8 样品测定:精密称取辛夷药材粉末 5 g(3 份),按 2.1.2 项下方法制备样品溶液,显色,以空白液对照,在 510 nm 处测定,平行测定 3 次,按回归方程计算含量,结果见表 1。

表 1 不同品种辛夷药材中总黄酮的含量测定($n=3$)

Table 1 Determination of total flavonoids for different crude drugs of *Flos Magnoliae* ($n=3$)

品 种	总黄酮/%
望春玉兰	5.737
武当玉兰	8.965
玉 兰	8.792

3 讨论

3.1 有关辛夷药材中总黄酮的含量测定未见报道,但文献记载含有芦丁。我们进行了辛夷药材的黄酮类化合物的鉴别实验,结果明显。本实验中采用了芦丁为对照品,建立了比色法测定其总黄酮含量。

3.2 比色法测定辛夷中总黄酮含量的方法,简便、快速、稳定,灵敏性高。首先用石油醚回流可除去脂溶性色素等成分,有效地消除了干扰成分的影响。

3.3 样品测定的结果可知,药典中收载的 3 种不同品种的辛夷药材中均含有较高的黄酮类成分,武当玉兰与玉兰接近,而望春玉兰稍低。提示品种不同,其质量存在差异。

References:

- [1] Xu G J. *Category and Quality Control of Common Chinese Herbs* (常用中药材品种整理与质量研究) [M]. Fuzhou: Fujian Science and Technology Publishing House, 1997.
- [2] Zheng H Z. *Modern Research and Application of Traditional Chinese Medicine* (中药现代研究与应用) [M]. Vol III. Beijing: Xueyuan Press, 1998.
- [3] Shi D W. *Experimental Guide of Pharmacognosy* (生药学实验指导) [M]. Shanghai: Shanghai University of Medical Science Publishing House, 1989.

HPLC 法测定补血胶囊中黄芪甲苷的含量

吴巧凤, 范 英*

(浙江中医学院 药理学系, 浙江 杭州 310053)

复方补血胶囊系黄芪、当归、牡蛎肉等多味中药组成的复方制剂^[1]。具有益气养血、健脾滋肾、活血化瘀等功效。黄芪为君药,黄芪所含的黄芪甲苷为其主要活性成分。采用 HPLC 法测定黄芪甲苷的报道较多,均采用紫外检测、乙腈-水为流动相,但实验干扰大,成本高。本实验采用 HPLC-示差折光检测法,并改用甲醇-水为流动相测定了复方补血胶囊中黄芪甲苷的含量。该法简便准确,重现性好,灵敏度高。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, RI-6A 检测器, CLASS-10A 色谱工作站, CQ-250 型超声波清洗器。甲醇为色谱纯,水为双蒸水,其他试剂均为分析纯。黄芪甲苷(中国药品生物制品检定所),复方补血胶囊由本院制剂室提供。

2 实验方法

2.1 色谱条件:色谱柱为 Hypersil ODS2 (200 mm×4.6 mm, 5 μ m),流动相为甲醇-水(67:33),流速为 1 mL/min,柱温为 35 $^{\circ}$ C。

2.2 供试品溶液的制备:精密称取复方补血胶囊粉末 1 g,置 150 mL 碘量瓶中,加水饱和的正丁醇超声萃取 3 次(25, 15, 15 mL),每次 5 min,合并正丁醇萃取液,用氨试液(正丁醇饱和)洗涤 3 次(10, 10, 8 mL),再用正丁醇饱和的水洗涤 3 次(10, 10, 8 mL),弃去洗液,正丁醇层置水浴蒸干,残渣加甲醇适量,置水浴上加热使溶解,过 0.45 μ m 微孔滤膜后,定容于 2 mL 容量瓶中,作为供试液。

2.3 标准曲线的制备:称取烘干至恒重的黄芪甲苷对照品 1.002 2 mg,用甲醇溶解并定容于 2 mL 容

* 收稿日期:2002-10-15

作者简介:吴巧凤(1963—),女,浙江浦江人,教授,1986年毕业于复旦大学化学系,获理学学士学位,参与国家中医药管理局项目 1 项,浙江省科委青年人才基金项目 1 项,主持省卫生厅和教育厅项目 3 项,发表论文 20 篇,参编教材 5 本,主要从事中草药成分分析及中药质量标准的研究。E-mail: WQFYJM@sina.com.cn