

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 LG-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

量瓶中,得黄芪甲苷对照品溶液。精密吸取此溶液 2, 6, 10, 14, 18, 20 μL , 分别进样各 3 次, 以浓度 C 对峰面积平均值 A 求出线性回归方程: $A = 2.868 \times 10^4 C + 1\,174$, $r = 0.999\,6$, 线性范围为 $1 \sim 10\,\mu\text{g}$ 。

2.4 精密度试验: 以浓度为 $2.010\,\text{mg/mL}$ 的黄芪甲苷溶液连续 5 次进样 $4\,\mu\text{L}$, 测定黄芪甲苷的含量, $RSD = 0.32\%$ 。

2.5 重现性试验: 对同一批样品平行分析 5 次, 黄芪甲苷平均含量为 $15.32\,\mu\text{g/g}$, $RSD = 1.25\%$ 。

2.6 稳定性试验: 对同一样品, 在 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 h 进样, 测得黄芪甲苷峰面积 $RSD = 1.48\%$ ($n = 9$)。该样品于冰箱内保存, 每天进样一次, 连续 6 d, 样品稳定, 黄芪甲苷峰面积 $RSD = 1.38\%$ 。

2.7 加样回收试验: 精密称取复方补血胶囊样品 6 份, 每份约 $1\,\text{g}$, 各加入黄芪甲苷对照品溶液($2.010\,\text{mg/mL}$) $100\,\mu\text{L}$ 。按样品测定项下进行操作, 结果平均回收率为 98.75% , $RSD = 0.3\%$ ($n = 6$)。

2.8 样品的含量测定: 取 $20\,\mu\text{L}$ 供试品进样, 测定结果见表 1。

3 讨论

3.1 黄芪的主要有效成分为黄芪甲苷, 药典采用薄

层扫描法测定其含量^[2], 样品需经上柱处理, 操作烦

表 1 复方补血胶囊中黄芪甲苷的含量测定结果($n = 5$)

Table 1 Astragaloside I in Fufang Buxue Capsule ($n = 5$)

批 号	黄芪甲苷含量/($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	$RSD/\%$
20010815	11.05	1.83
20010626	12.60	2.50
20010417	13.51	1.53
20001205	15.43	2.73
20001008	15.68	2.50

琐。本实验采用 HPLC 法测定, 前处理简便, 其他杂质的干扰被消除, 方法可行, 测定结果准确可靠, 从而能有效地控制该成药的质量。

3.2 本研究曾用紫外检测器在 $203\,\text{nm}$ 处检测黄芪甲苷的含量, 但结果显示紫外检测法由于黄芪甲苷的最大吸收波长靠近紫外区末端, 因此要求乙腈在 $200\,\text{nm}$ 处的透光率应大于 90% , 否则无法测定。而示差折光检测法则消除了该问题, 且灵敏度高, 同时可以使用价廉的甲醇作流动相。

References:

[1] Wu Q F, L G Y. Study on preparation procedure for Compound Buxue Capsule [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1997, 19 (5): 3-5.

[2] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol I .

HPLC法测定双黄连滴丸中黄芩苷的含量

金 华, 宋新波, 李 彦, 刘 *
(天津中医学院, 天津 300193)

双黄连制剂为目前抗菌、抗病毒、退热的有效成药, 对呼吸道感染、肺炎、扁桃体炎等疾病治疗有非常理想的效果。双黄连滴丸系根据双黄连注射液改剂型而得, 由金银花、黄芩、连翘组成。黄芩苷是其主要有效成分。为了控制产品内在质量, 本研究采用 HPLC 法测定其中黄芩苷的含量。

1 仪器与试剂

日本 Shimadzu-10A 高效液相色谱仪; 甲醇为色谱纯, 冰醋酸为分析纯, 水为去离子水。黄芩苷对照品由中国药品生物制品检定所提供; 双黄连滴丸自制, 批号 970929, 971029, 971129。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 CLG-ODS ($250\,\text{mm} \times 4.6\,\text{mm}$, $10\,\mu\text{m}$), 流动相为甲醇-冰醋酸-水 ($48:1:52$),

检测波长为 $276\,\text{nm}$, 流速为 $1\,\text{mL/min}$, 柱温为 $25\,^{\circ}\text{C}$ 。理论塔板数按黄芩苷峰计应大于 $4\,500$ 。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取黄芩苷对照品 $2.5\,\text{mg}$, 置 $100\,\text{mL}$ 容量瓶中, 加 50% 甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 样品溶液的制备: 取滴丸 10 粒于乳钵中, 研细混匀后, 精密称取 $15\,\text{mg}$, 置 $50\,\text{mL}$ 容量瓶中, 精密加入 50% 甲醇适量, 超声提取 $20\,\text{min}$, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 取上清液作为样品溶液。用 $0.45\,\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤, 弃去初滤液, 续滤液备用。

2.4 色谱行为: 分别取对照品溶液、供试品溶液 $10\,\mu\text{L}$, 按上述色谱条件进样分析, 黄芩苷与双黄连滴丸中其他组分分离良好。色谱图见图 1。

2.5 标准曲线的绘制: 精密量取对照品溶液 1.0 ,

* 收稿日期: 2003-01-09