

2.8 加样回收率试验:精密吸取已测得绿原酸含量的样品 1 mL,加入 0.566 mg/mL 绿原酸对照品贮备液 1 mL,按“样品的测定”项下的方法,在上述色谱条件下进行含量测定,计算回收率。结果平均回收率为 97.96%,RSD 为 1.76% ($n=6$)

2.9 样品的测定:精密吸取样品 1 mL 于 50 mL 容量瓶中,用 5% 甲醇稀释至刻度,摇匀,放置 5 min,滤过,弃去初滤液,取续滤液 1 mL,离心 10 min,进样 10 μ L,用回归方程计算绿原酸含量,结果见表 1

表 1 金银花糖浆中绿原酸的测定结果 ($n=5$)

Table 1 Chlorogenic acid in *Flos Lonicerae* Syrup ($n=5$)

批号	绿原酸 / (mg $\cdot$ mL ⁻¹)	RSD / %
010518031	1.935	1.05
010519032	2.017	0.93
010520033	1.821	2.10
010521034	2.236	1.74
010522035	2.124	1.29

3 讨论

3.1 绿原酸为含有羧基和邻二酚羟基的极性有机

酸,易溶于水和甲醇。实验中分别以甲醇和水为溶剂,结果显示,用水做溶剂,对绿原酸峰有影响;用甲醇做溶剂时,绿原酸不稳定;而采用 5% 甲醇水溶液效果较佳

3.2 曾分别选用甲醇-水-冰醋酸、甲醇-10% 磷酸氢二钠溶液 (pH2.7)、乙腈-0.4% 磷酸溶液。结果以乙腈-0.4% 磷酸溶液为最佳,绿原酸与相邻峰基线分离较好。

3.3 含量测定结果表明,各批样品中绿原酸含量有一定差异,作为质量控制绿原酸含量应不低于 1.20 mg/mL。但工艺过程中也应该严格控制绿原酸的含量

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol II.
- [2] Yu S L, Zhang L, Sun L. Research progress of *Flos Lonicerae* [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药), 2002, 13(8): 498-500.
- [3] Guo Y Z, Liao C Z, Zhai X F, et al. Study on quality standard for Jinyinhua Recipe Granule [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2002, 24(6): 423-425.

HPLC法测定金宝片中橙皮苷的含量

戚宝婵

(辽宁省药品检验所,辽宁 沈阳 110023)

金宝片由陈皮、太子参、山药等 10 味中药组成,为中药保健品,具有理气健脾、燥湿化痰、止咳平喘之功效。为了更好地控制产品质量,本实验采用 HPLC 法测定金宝片中橙皮苷的含量。经方法学考察,数据可靠,方法可行,可用于控制产品质量

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪, Waters 515 泵, Waters 2487 检测器,大连依特利色谱工作站。橙皮苷对照品购自中国药品生物制品检定所,批号为 0721-200010。金宝片由辽宁天龙药业有限公司提供,批号为 000701。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备:取本品 10 片,研细,取 3 g,精密称定,加水 10 mL 溶解,加乙醚振摇,超声提取 2 次,每次加乙醚 20 mL,超声 15 min,放置分层,弃去乙醚液,水层挥干乙醚,加醋酸乙酯振摇,超声

提取 4 次,每次加醋酸乙酯 20 mL,超声 15 min,放置分层,合并醋酸乙酯液,蒸干,残渣加甲酰胺溶解,并转移至 10 mL 量瓶中,加甲酰胺至刻度,摇匀,即得。

2.2 色谱条件:色谱柱为迪马 C₁₈ 柱 (20 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m),流动相为甲醇-水 (45:55),检测波长为 283 nm,进样量为 10 μ L。在此条件下橙皮苷与其他成分达到基线分离。

2.3 线性关系考察:取橙皮苷对照品,加甲酰胺溶解制成 0.100-3 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。精密吸取该溶液 3, 6, 9, 12, 15 μ L 注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定。以进样量为横坐标,峰面积值为纵坐标绘制标准曲线,得回归方程为 $A=30868.24C+76.55$, $r=0.9996$ 。结果表明进样量在 0.300-1.504 5 μ g 与峰面积呈良好的线性关系。标准曲线基本通过原点,采用一点法测定。

收稿日期: 2002-12-23

作者简介:戚宝婵 (1963-),女,山东济宁人,副主任药师,1986 年毕业于沈阳药学院,从事中药材、中成药检验及质量标准研究工作,发表论文 10 余篇。Tel: (024) 25425645

2.4 精密度试验: 取供试品溶液按上述条件连续进样 5 次, 橙皮苷峰面积 RSD 为 1.2%。

2.5 稳定性试验: 取供试品溶液按上述条件分别在 0, 1, 2, 3, 4, 5 h 进样, 橙皮苷峰面积 RSD 为 1.4%, 结果表明供试品溶液在 5 h 内稳定。

2.6 空白干扰试验: 取供试品溶液、对照品溶液、阴性对照液 (按处方工艺制成的不含陈皮的样品供试液) 按上述条件测定, 结果表明供试品溶液与对照品溶液具有相同保留时间的色谱峰, 阴性对照液在此位置处无色谱峰。见图 1。

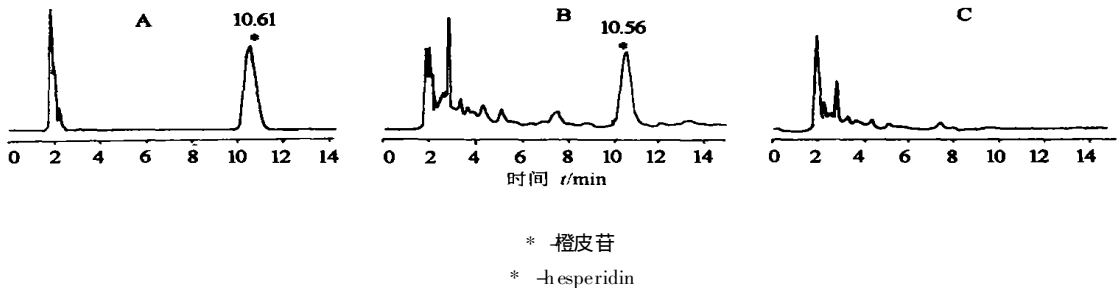


图 1 橙皮苷对照品 (A)、金宝片供试品 (B) 和阴性对照 (C) 的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of hesperidin (A), Jinbao Tablet sample (B) and negative sample (C)

2.7 重现性试验: 取同一批号样品, 测定 5 次, 橙皮苷含量为 0.278 mg/g, RSD 为 1.3%, 结果表明本方法重现性良好。

2.8 回收率试验: 精密称取含量为 0.278 mg/g 的样品约 1.5 g, 精密加入 0.1003 mg/mL 的橙皮苷对照品溶液 5 mL, 蒸干, 加水 10 mL, 按“样品测定”项下方法操作, 结果平均回收率为 96.71%, RSD 为 0.66% (n=5)。

2.9 样品测定: 共测定了 3 批样品, 每批取样 2 份, 测定结果见表 1。

表 1 金宝片中橙皮苷的含量测定结果

Table 1 Content of hesperidin in Jinbao Tablet (n=2)

批号	橙皮苷含量 / (mg·片 ⁻¹)
990301	0.089
990302	0.090
990303	0.088

3 讨论

本制剂由 10 味中药组成, 干扰成分较多, 为了使橙皮苷与其他成分达到有效分离, 提取时采用乙醚前处理, 除去一部分脂溶性杂质, 然后根据橙皮苷的性质, 采用中等极性溶剂醋酸乙酯提取。

朝鲜淫羊藿多糖的含量测定

陈鸿英¹, 朱永智¹, 吴乃居¹, 孙燕²

(1. 天津市医药科学研究所, 天津 300070; 2. 中国医学科学院 中国协和医科大学肿瘤医院肿瘤研究所肿瘤医院, 北京 100021)

淫羊藿为小檗科植物朝鲜淫羊藿 *Epimedium koreanum* Nakai 的干燥地上部分。可补肾壮阳, 祛风湿, 并有镇咳、祛痰、平喘、抑菌等作用^[1]。药理实验显示淫羊藿多糖具有明显的促免疫作用, 是一种很有发展前途的生物调节剂。本实验采用苯酚-硫酸法、蒽酮-硫酸法对淫羊藿多糖进行含量测定。

1 试剂与仪器

淫羊藿药材由本所植物室张永升研究员鉴定为朝鲜淫羊藿 *E. koreanum* Nakai 的干燥地上部分; 透析袋 (华美生物工程公司), 其余试剂均为分析纯。

岛津 UV-260 型紫外分光光度计。

2 实验部分

2.1 多糖的分离与纯化: 取淫羊藿药材 1 kg, 加水, 加热提取 3 次, 滤过, 合并提取液, 浓缩成浸膏。加入 95% 乙醇, 使含醇量达 70%, 搅匀, 放置 12 h, 滤过得沉淀。将沉淀溶于蒸馏水中, 搅匀, 放置 4 h, 滤过, 滤液浓缩, 加入 95% 乙醇, 再重复一次, 得沉淀, 将其溶于蒸馏水中, 搅匀, 放置 4 h, 滤过, 滤液减压浓缩, 再向滤液中加入 95% 乙醇, 使含醇量达 85%, 搅匀, 放置 12 h, 抽滤得沉淀, 即得总多糖。取