

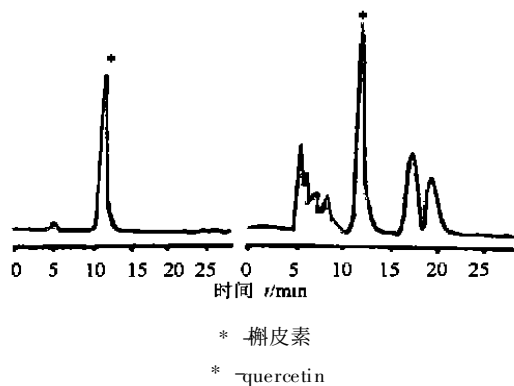


图 1 槲皮素对照品 (A) 和阴干银杏叶供试品 (B) 的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of quercetin (A) and ginkgo leaves dried in shade (B)

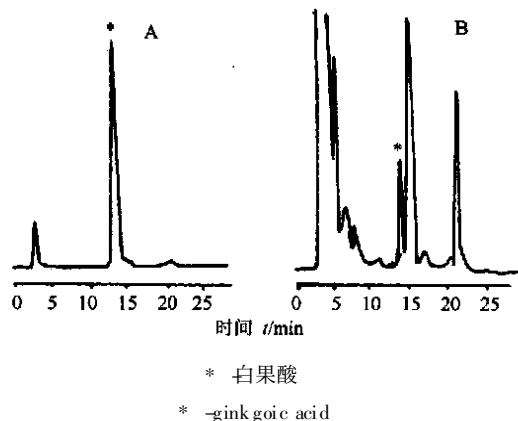


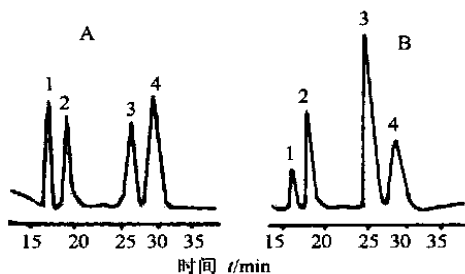
图 3 白果酸对照品 (A) 和阴干银杏叶供试品 (B) 的 HPLC 图谱

Fig. 3 HPLC chromatograms of ginkgoic acid (A) and ginkgo leaves dried in shade (B)

阴干含量下降 74% ~ 86%。而霉变后的叶子所有活性成分几乎全被降低为零。因此,综合来看,采用晒干既能有效的降低银杏酸含量,减少其毒副作用,又能很好地保持银杏叶中黄酮、萜内酯药用成分。因此,晒干是 5 种常用干燥条件中最佳干燥条件。

References

- [1] Zhang D Q, He Z F. *Research on the Chemical Ingredients in Leaves of Ginkgo biloba* (银杏叶资源化学研究) [M]. Beijing: China Light Industry Press, 1999.
- [2] Li Z L. *Exploitation and Exertion of Ginkgo leaves* (银杏叶开发与利用) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1996.
- [3] Lobstein-Guth A, Brianconsched F. Analysis of terpenes from *Ginkgo biloba* L. by high performance liquid chromatography [J]. *J Chromatogr*, 1983, 267: 432-438.



1-GC 2-BB 3-GA 4-GB

图 2 银杏内酯混合对照品 (A) 和阴干银杏叶供试品 (B) 的 HPLC 图谱

Fig. 2 HPLC chromatograms of ginkgolide mixed reference substances (A) and ginkgo leaves dried in shade (B)

HPLC 法测定沙棘油软胶囊中 α -维生素 E 的含量

王兆华, 张大军, 赵玉兰, 徐国经*

(吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021)

沙棘油软胶囊是由胡颓子科植物沙棘 *Hippophae rhamnoides* L. 种子油经加工所制成的软胶囊制剂, 具有消食化滞、和胃降逆、活血化瘀等功能, 临床用于气滞血瘀、胃气上逆所致的脘腹痛、暖气返酸、胸闷、纳呆等症, 取得满意疗效。沙棘油具有较高的医药价值, 其中含有多种生物活性物质, 如维生素 A、B、C、D、E、F、K、V 和 U 胡萝卜素等, 还含有亚油酸、亚麻酸、脑磷脂、卵磷脂等成分。 α -维生素 E 是沙

棘油中主要有效成分, 其含量测定方法有薄层扫描法^[1]、气相色谱法^[2]和高效液相色谱法^[3]。本实验采用 HPLC 法对沙棘油软胶囊中 α -维生素 E 进行了含量测定, 以控制该制剂的质量, 更有效地保证其临床疗效。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-9AC 高效液相色谱仪, SPD-6AV 紫外检测器; ZFQ-85A 型旋转蒸发器, α -维生

* 收稿日期: 2003-04-15

作者简介: 王兆华 (1964-), 女, 吉林省长春市人, 副研究员, 1986 年毕业于长春中医学院中药系, 同年分配到吉林省中医中药研究院中药研究所工作, 一直从事中药药化、中药质量标准及中药研究开发工作。Tel (0431) 5934092 E-mail: zdjfq@hotmail.com

素 E 对照品购于中国药品生物制品检定所 (批号: 062-200004); 沙棘油软胶囊由长春达兴药业股份有限公司提供; 甲醇、乙腈为色谱纯, 其余均为分析纯

2 方法与结果

2.1 α -维生素 E 检测波长的选择: 精密称取 α -维生素 E 对照品适量, 加无水乙醇制成 $0.107 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液, 在 2201 紫外可见分光光度计 (日本岛津) 上于 190~370 nm 波长扫描。结果 α -维生素 E 在 292 nm 波长处有最大吸收, 故选用 290 nm 为检测波长

2.2 色谱条件: 色谱柱: Diamonsil-C₁₈ 柱 ($5 \mu\text{m}$, $4.6 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$); 流动相: 甲醇-乙腈 (91: 9); 流速: $1 \text{ mL}/\text{min}$; 紫外检测波长: 290 nm; 柱温: 室温。理论塔板数按 α -维生素 E 计算, 不低于 2 000

2.3 对照品溶液的制备: 精密称取 α -维生素 E 对照品适量, 加无水乙醇制成 $45 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液, 摇匀, 作为对照品溶液

2.4 供试品溶液的制备^[2]: 取样品内容物约 0.8 g, 精密称定, 用无水乙醇 12 mL 分次溶解并转移至 100 mL 圆底烧瓶中, 加维生素 C 0.9 g, 置沸水浴中回流提取, 待瓶内液体沸腾, 加入 50% 氢氧化钾溶液 2 mL, 混匀, 继续加热, 并从加入氢氧化钾时起计时, 至 15 min 取出, 立即在流水中冷却, 将皂化后的样品用 40 mL 水溶解并转移至分液漏斗中, 用乙醚提取 3 次, 每次 40 mL (每次加入乙醚后应充分振摇 1 min), 合并乙醚液, 用水洗涤至中性, 弃去水液, 乙醚液加无水硫酸钠 8 g 脱水, 用乙醚洗涤无水硫酸钠, 再合并乙醚液中, 将乙醚液减压蒸干, 残渣加无水乙醇使溶解, 并定容至 25 mL, 摇匀, 用微孔滤膜 ($0.45 \mu\text{m}$) 滤过, 取续滤液, 作为供试品溶液。精密吸取对照品溶液、供试品溶液各 $10 \mu\text{L}$, 按上述色谱条件, 进样, 绘制其色谱图, 见图 1

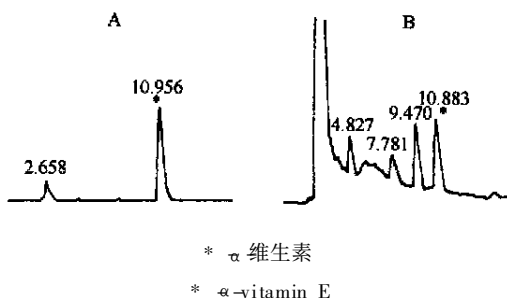


图 1 α -维生素 E 对照品 (A) 和沙棘油软胶囊 (B) 的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of α -vitamin E reference substance (A) and Shaji Oil Soft Capule (B)

2.5 线性关系考察: 精密吸取 α -维生素 E 对照品溶液 5, 10, 15, 20, $25 \mu\text{L}$, 分别注入高效液相色谱仪

中进行分析, 测定。以对照品峰面积为纵坐标, 以进样量为横坐标, 绘制标准曲线, 其回归方程为: $Y = 30\,829.88X - 634.20$, $r = 0.9999$, 表明 α -维生素 E 在 $0.241 \sim 1.205 \mu\text{g}$ 时进样量与峰面积呈良好的线性关系

2.6 精密度试验: 精密吸取供试品溶液, 连续 5 次进样, 测定 α -维生素 E 峰面积, 计算其 $\text{RSD} =$

1.78% ($n = 5$).

2.7 稳定性试验: 精密吸取供试品溶液在 0, 2, 4, 8 h 分别进样, 进行测定。结果 α -维生素 E 含量的 $\text{RSD} = 0.67\%$ 。可见供试品溶液中 α -维生素 E 在 8 h 内含量稳定

2.8 重现性试验: 精密称取同一批号 (20021020) 样品 5 份, 分别按供试品溶液的制备方法操作, 进样分析, 样品中 α -维生素 E 含量的 $\text{RSD} = 2.62\%$ ($n = 5$), 表明其重现性良好

2.9 加样回收率试验: 精密称取 α -维生素 E 对照品约 0.3856 mg, 加入已测知 α -维生素 E 含量的样品中 (含 α -维生素 E 约 0.4 mg), 按供试品溶液的制备方法操作, 进样, 测定, 计算回收率, 结果平均回收率为 96.67%, RSD 为 1.70% ($n = 5$).

2.10 样品的含量测定: 分别称取不同批号样品, 分别按供试品溶液制备方法制备, 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 $10 \mu\text{L}$, 进行分析, 计算沙棘油软胶囊中 α -维生素 E 的含量, 结果沙棘油软胶囊 021018, 021020, 021025 批号中 α -维生素 E 的含量分别为 0.978, 0.938, 0.937 mg/g ($n = 2$)

3 讨论

3.1 在实验过程中, 曾选用甲醇-水 (95: 5)、甲醇-氯仿 (95: 5)、甲醇-乙腈 (95: 5) 为流动相, 因其色谱峰分离效果不好而未被采用。经摸索确定甲醇-乙腈 (91: 9) 流动相, 能使色谱峰得到较好分离, 且保留时间适宜, 而被采用

3.2 沙棘油中含有较多的脂肪酸, 对含量测定有一定干扰, 本实验采用皂化方法除去大量干扰成分。但 α -维生素 E 易氧化, 皂化对碱液浓度、温度、时间和抗氧化剂量都必须严格控制, 避免测定成分损失

References

- [1] Zhuo J S, Zhang L J, Chen Z Q, *et al.* Determination of vitamin E in peanut oil and some foods by fluorometer and TLC scanning [J]. *Acta Nutr Sin* (营养学报), 1983, 5(5): 289-296.
- [2] Zhang W L, Chen L G. The estimation of α -tocopherol in human blood by GAS chromatography [J]. *Acta Nutr Sin* (营养学报), 1984, 6(4): 355-358.
- [3] Huang Y Q, Xiao Y Y. Comparative study on determination of vitamin E in Shanxi Shaji [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1991, 16(9): 530-532.