

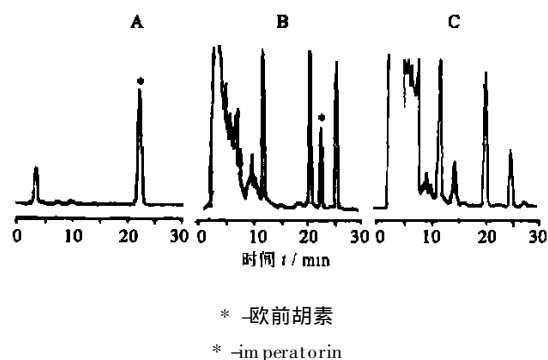


图 1 欧前胡素(A)、鼻炎灵片(B)和阴性对照(C)HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of imperatorin (A), Bi-yanling Tablet (B), and negative sample (C)

溶液 0.25 mL, 按 2.2 项下方法操作并测定, 计算加样回收率。结果平均回收率为 100.4%, RSD 为 1.4% ($n=6$)。

2.9 含量测定: 精密量取欧前胡素对照品溶液 0.5 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作

为对照品溶液。分别精密量取对照品溶液 10 μ L、供试品溶液 10 μ L, 注入液相色谱仪, 测定, 按外标法以峰面积计算, 结果见表 1。

表 1 鼻炎灵片中欧前胡素含量测定结果 ($n=2$)

Table 1 Determination of limperatorin in Biyanling Tablet ($n=2$)

批号	欧前胡素/(μ g $\cdot$ 片 $^{-1}$)
20021102	23
20021102	29
20021103	25
20020901	26
20020902	23

3 讨论

3.1 制剂中测得的欧前胡素的含量与白芷药材的投入量相符, 说明本方法是可行的, 能有效地控制产品的质量。

3.2 曾采用乙醚提取, 但在相同时间内乙醚提出的欧前胡素的量远远少于甲醇的提出量, 故选择甲醇为提取溶剂。

HPLC 法测定柴胡中柴胡皂苷 a 的含量

孔伶俐, 崔青娟, 史德胜, 伊惠贤*

(天津丹溪国药研究所, 天津 300061)

柴胡为伞形科植物北柴胡 *Bupleurum chinense* DC. 和狭叶柴胡 *B. scorzonerifolium* Willd. 的干燥根。柴胡主要有效成分为挥发油及柴胡皂苷, 尚含微量的黄酮类成分。由于黄酮类成分甚微, 挥发油的成分复杂, 且多变, 均难以测其含量。测定柴胡皂苷的含量是控制柴胡质量的理想方法。

柴胡皂苷有多种, 有活性的主要是柴胡皂苷 a, d。文献报道多采用 HPLC 法直接测定柴胡皂苷 a, d。由于检测波长在 210 nm, 杂质峰干扰十分严重, 因此只有推迟出峰时间, 才能得到较好的分离。实验采用酸性水解开环, 使成共轭体系, 从而使检测波长红移至 254 nm, 杂质峰的干扰很少, 能很好分离, 出峰时间适中, 便于操作, 重复性好。

1 仪器与试剂

HP-2000 高效液相色谱仪, Anastar 色谱工作站。柴胡皂苷 a 对照品(天津药物研究院提供, 纯度为 99.81%), 试剂均为分析纯。柴胡药材分别购于

承德市药材公司、天津市饮片厂、安国市药材公司, 经天津药物研究院魏吉城研究员鉴定为柴胡 *Bupleurum chinense* DC. 的干燥根。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 迪马 C₁₈ 色谱柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m), 流动相乙腈-水(43:57), 检测波长 254 nm。理论板数按柴胡皂苷 a 计算不应低于 5 000。

2.2 对照品溶液制备: 精密称取柴胡皂苷 a 10.02 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加 2% 氢氧化钾甲醇溶液, 并稀释至刻度, 摇匀。精密量取 2.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 加 2% 氢氧化钾甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀。再精密量取此溶液 2.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加 4% 盐酸 2 mL, 40 $^{\circ}$ C 水浴静置 4 h, 再加 2% 氢氧化钾甲醇溶液 4 mL, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 称取柴胡细粉 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 2% 氢氧化钾甲醇溶液 25 mL, 密塞, 称定质量, 加热回流 1 h, 放冷, 再

称定质量,用 2% 氢氧化钾溶液补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液 2 mL,置 10 mL 量瓶中,加 4% 盐酸 2 mL,40 ℃ 水浴静置 4 h,再加 2% 氢氧化钾甲醇溶液 4 mL,用甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.4 标准曲线制备:精密量取 0.200 4 mg/mL 柴胡皂苷 a 对照品溶液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mL, 置 10 mL 量瓶中,加 2% 氢氧化钾甲醇溶液稀释至刻度。分别精密量取上述溶液 2.0 mL, 置 10 mL 量瓶中,加 4% 盐酸 2 mL,40 ℃ 水浴静置 4 h,再加 2% 氢氧化钾甲醇溶液 4 mL,用甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。照高效液相色谱法(《中华人民共和国药典》2000 版一部附录 D)试验,分别吸取上述稀释液各 20 μ L,注入液相色谱仪,记录相应峰面积值。以峰面积值为纵坐标,柴胡皂苷 a 的浓度为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $A = 6377818.75C - 1721.52$, $r = 0.9997$ 。结果表明,柴胡皂苷 a 浓度在 0.010 02 ~ 0.080 16 mg/mL 与峰面积线性关系良好。

2.5 稳定性试验:取本品 0.5 g,制备供试品溶液,于 0, 1, 2, 3, 4 h 测定峰面积值。结果柴胡皂苷 a 峰面积的 RSD = 0.8%,表明在 3 h 内测定是稳定的。

2.6 精密度试验:取柴胡皂苷 a 对照品溶液连续进样 6 次,测峰面积值。结果其 RSD = 1.4% ($n = 6$)。

2.7 重现性试验:取本品 0.5 g,精密称取 5 份,制备供试品溶液,进样测定,结果柴胡皂苷 a 的含量为 0.245%, RSD = 2.02% ($n = 5$)。

2.8 回收率试验:取本品 0.25 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 2% 氢氧化钾甲醇溶液 22.5 mL,加 0.200 4 mg/mL 柴胡皂苷 a 对照品溶液 2.5 mL,密塞,称定质量,加热回流 1 h,放冷,再称定质量,用 2% 氢氧化钾甲醇溶液补足减失的质量,摇匀,滤过。取续滤液 2 mL,置 10 mL 量瓶中,加 4%

盐酸 2 mL,40 ℃ 水浴静置 4 h,再加 2% 氢氧化钾甲醇溶液 4 mL,用甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。计算得平均回收率为 99.0%, RSD = 1.80% ($n = 5$)。

2.9 样品含量测定:取柴胡药材,按供试品溶液方法处理,进样测定,色谱图见图 1。结果见表 1。

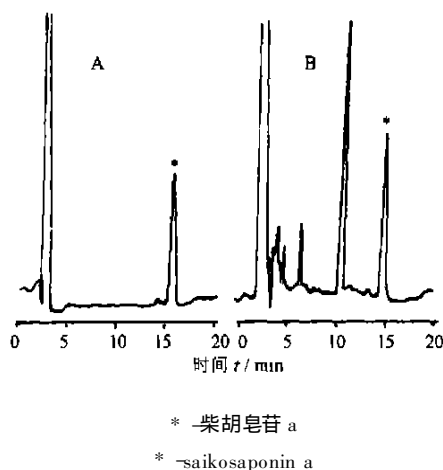


图 1 柴胡皂苷 a 对照品(A)和柴胡(B)的 HPLC 图谱
Fig. 1 HPLC chromatograms of saikosaponin a reference substance (A) and *Radix Bupleuri* (B)

表 1 柴胡中柴胡皂苷 a 的含量测定结果 ($n = 3$)
Table 1 Saikosaponin a in *Radix Bupleuri* ($n = 3$)

批 号	柴胡皂苷 a / %
1	0.245
2	0.341
3	0.214

3 讨论

文献报道的处理方法是强酸条件下 25 ℃ 放置 16 h,操作不便,经系统摸索,改进为在 40 ℃ 放置 4 h,易于操作,易于重复。

本法精密度高,重现性好,不仅对柴胡药材中柴胡皂苷 a 的含量测定可行,而且可应用于柴胡单味制剂和复方制剂,值得推广。

海芋中海芋多糖的组成和含量测定

程 磊,周秀佳*

(上海中医药大学中药学院,上海 201203)

海芋为天南星科植物海芋 *Alocasia odora* (Roxb.) K. Koch 的干燥根茎或大根芋 *A. macr-*

orrhiza (L.) Schott 的根茎^[1]。具有清热解毒,消肿散结的功效。现广泛用于治疗各种癌肿,已成为上海

* 收稿日期: 2003-09-21

作者简介:程 磊(1976—),男,江苏阜宁人,上海中医药大学中药学院在读博士研究生,已发表论文 16 篇,主要从事生药学研究。

Tel: (021) 50808727 E-mail: mr.chenglei@163.com