

A-连翘苷对照品 B-去心品 C-不去心品 D-浸泡品 E-炒黄品 F-炒焦品 G-炒炭品 H-朱砂拌品 * -连翘苷
A-forsythin reference substance B-product without core C-product with core D-product washed with water E-stir-fried product F-burnt product G-carbonated product H-product processed with vermilion * -forsythin

图 1 连翘苷对照品和连翘不同炮制品的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatogram of forsythin reference substance and different processed products of *F. suspensa*

表 1 连翘不同炮制品中连翘苷的测定结果 (n=3)

Table 1 Determination of forsythin in different processed products of *F. suspensa* (n=3)

样品	连翘苷/%	RSD/%	样品	连翘苷/%	RSD/%
去心品	0.319	0.6	炒黄品	0.283	1.3
不去心品	0.213	0.5	炒焦品	0.256	1.6
连翘心	0.025	1.6	炒炭品	0.102	1.2
浸泡品 I	0.295	0.8	朱砂拌品 I	0.296	0.5
II	0.281	1.1	II	0.293	0.8
III	0.279	0.7	III	0.289	0.7
IV	0.279	1.3			

连翘的炮制目的主要是降低其苦寒之性。实验结果表明,不同炮制品中连翘苷的变化依次为:去心品>炒黄品>炒焦品>炒炭品,说明在炮制过程中会受热影响,温度太高易使连翘苷受到破坏,故炒炭品不适宜。朱砂拌品在各省的炮制规范均有记载,但加入朱砂的量各有不同,笔者通过对加入不同量的朱砂炮制品的连翘苷进行比较,结果差别不大。朱砂拌品的炮制目的是与辅料的协同作用,突出其清心安神、镇惊的功效。

在过去用药习惯上分连翘壳与连翘心两种。文献报道,经过挥发油测定认为连翘心与壳成分一致,入药可不去心^[4]。从实验结果看,连翘心中连翘苷的质量分数很低,故不去心品仅为去心品的 2/3,认为分连翘壳与连翘心两种入药更为合理。

上述分析结果表明,中医临床要求把不同的连翘炮制品应用于不同疾病及治疗对象有一定的科学道理。《中国药典》2005 年版一部仅收录生品,未能更好地发挥中医药特色。

References:

[1] Zheng H Z, Dong Z H, She J, et al. *Modern Study Application of Traditional Chinese Medicine* (中药现代研究与应用) [M]. Beijing: Xueyuan Press, 1997.
[2] Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Traditional Chinese Medicine, National Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products. *The Experience Integrated for Process of Herb* (中药炮炙经验集成) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1963.
[3] *Ch P* 中国药典 [S]. Vol 1. 2000.
[4] Cui Y Y, Feng S Y. HPLC analysis of the active ingredients of *Forsythia suspensa* [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1992, 27 (8): 603.

金莲花露中总黄酮和荭草苷的测定

辛春兰¹, 潘海峰², 李守拙², 张素华¹

(1. 承德医学院附属医院, 河北 承德 067000; 2. 承德医学院中药研究所, 河北 承德 067000)

金莲花露是由金莲花提取液、蔗糖、山梨酸钾、稳定剂、纯净水制成的功能性饮品,具有清咽润喉、清热解暑的功效。金莲花主要含有黄酮类化合物,其

中荭草苷和牡荆苷量较高。金莲花制剂的质量控制多采用分光光度法测定总黄酮,总黄酮的测定多采用芦丁为对照品,检测波长为 340 nm^[1]或用亚硝酸

钠-硝酸铝显色后在 500 nm 波长处测定^[2,3]。金莲花药材中荜草苷可以用高效液相色谱法^[4]和薄层扫描法^[5]测定。由于芦丁不是金莲花的特异成分,不能很好地反映产品内在质量,本实验采用荜草苷为对照品,探讨了金莲花露中总黄酮的测定方法。同时,为了更好地控制金莲花露的质量,对其中荜草苷采用 HPLC 法进行测定,方法简便、灵敏、准确、可靠。

1 仪器与试剂

惠普 HP-8453 紫外可见分光光度计,瑞士梅特勒 AG-245 型电子分析天平,岛津 LC-10AS 高效液相色谱仪。

荜草苷对照品(质量分数为 98%)购于 Sigma 公司,四氢呋喃、异丙醇、乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯,金莲花露由承德医学院中药研究所研制。

2 方法与结果

2.1 金莲花露中总黄酮的测定

2.1.1 溶液的制备:取金莲花露 1 mL 于 25 mL 量瓶中,加乙醇稀释至刻度,作为供试品溶液,备用。另精密称取荜草苷对照品 1.52 mg 于 10 mL 量瓶中,加乙醇溶解并稀释至刻度,作为对照品溶液,备用。

2.1.2 波长的选择:将供试品溶液和对照品溶液分别进行光谱扫描。结果两者的紫外吸收光谱基本一致,在 257 nm 和 350 nm 处各有一最大吸收峰,且在 350 nm 处产品中的其他成分对总黄酮的紫外吸收影响较小,故选择检测波长为 350 nm。

2.1.3 标准曲线的绘制:精密吸取荜草苷对照品溶液 0.4、0.8、1.2、1.6、2.0、4.0 mL,分别置 25 mL 量瓶中,加乙醇至刻度,混匀。按《中国药典》2000 年版二部中分光光度法,在 350 nm 处测定吸光度。以吸光度为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程为 $Y = 32.31 X + 0.008468$, $r = 0.9999$ 。表明荜草苷在 2.432~24.32 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 与吸光度,线性关系良好。

2.1.4 精密度试验:将同一供试品溶液重复检测 10 次,结果吸光度 RSD 为 0.57%。

2.1.5 重现性试验:平行取样品 6 份,依供试品溶液的制备方法制备,测定吸光度,结果其 RSD 为 0.59%。

2.1.6 稳定性试验:取对照品溶液和供试品溶液,放置 3、6、9、12 h,测定吸光度值,基本不变,说明对照品溶液和供试溶液均很稳定。

2.1.7 回收率试验:精密称取一定量荜草苷对照品,加到 7 mL 已知总黄酮的量的金莲花露中,按上述供试品溶液制备方法操作,测定 6 份,计算加样回

收率,结果平均回收率为 100.79%,RSD 为 2.62%。

2.1.8 总黄酮的测定:取金莲花露,制备供试品溶液,测定吸光度,依标准曲线方程计算总黄酮的质量浓度,结果见表 1。

表 1 金莲花露中总黄酮的测定结果

Table 1 Determination of total flavonoids in Trollius Beverage

批次	总黄酮/(mg·mL ⁻¹)	批次	总黄酮/(mg·mL ⁻¹)
1	0.4218	6	0.4338
2	0.4303	7	0.4363
3	0.4263	8	0.4353
4	0.4363	9	0.4305
5	0.4298	10	0.4278

2.2 HPLC 法测定荜草苷

2.2.1 检测波长的选择:将荜草苷对照品溶液进行光谱扫描,结果最大吸收波长为 350 nm,故选择 350 nm 为检测波长。

2.2.2 色谱条件:色谱柱:Shim-pack CLC-ODS (M);流动相:0.2%磷酸水溶液-四氢呋喃-异丙醇-乙腈(462:30:24:9);体积流量:1 mL/min;柱温:(25±1) °C;检测波长:350 nm。理论板数按荜草苷峰计算不低于 6 000,保留时间为 35.5 min,拖尾因子 1.01。

2.2.3 对照品溶液的制备:取在 60 °C 真空干燥 4 h 的荜草苷对照品约 1.5 mg,精密称定,置 10 mL 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液(荜草苷质量浓度为 0.1520 mg/mL),备用。

2.2.4 供试品溶液的制备:精密吸取 2 mL 金莲花露,注入 Zorbax SPE C₁₈ Cart 小吸附柱,先用 10 mL 水冲洗水溶性杂质,再用 20 mL 甲醇洗脱,收集洗脱液后,浓缩并定容为 2 mL,作为供试品溶液。

2.2.5 空白试验:按照样品制备的工艺,制成不含金莲花的空白溶液,作为阴性对照,同法测定。结果空白溶液在与荜草苷对照品相同保留时间处无色谱峰,故认为无干扰。

2.2.6 线性关系的考察:精密吸取荜草苷对照品溶液(质量浓度为 0.1520 mg/mL) 2、4、8、16、32 μL 依次注入色谱仪中,在所述色谱条件下测定荜草苷的峰面积。以进样质量为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,进行线性回归,得回归方程 $Y = 2343987.2 X + 332210.5$, $r = 0.9999$ 。表明荜草苷进样量在 0.3040~4.864 μg 时,峰面积积分值与进样量呈良好的线性关系。

2.2.7 精密度试验:精密吸取同一供试品溶液 10 μL 进样,重复 8 次,测定荭草苷的峰面积,结果 RSD 为 1.11%。

2.2.8 重现性试验:平行取样品 6 份,依供试品溶液的制备方法操作,依法测定,结果荭草苷 RSD 为 0.76%。

2.2.9 加样回收率试验:精密量取已知荭草苷的金莲花露适量,加入荭草苷对照品约 2.0、2.7、5.8 mg,按供试品溶液制法制备,依法测定,计算加样回收率。结果平均回收率为 98.33%,RSD 为 1.14% ($n=6$)。

2.2.10 样品中荭草苷的测定:精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL 分别进样测定,以外标面积法计算金莲花露中荭草苷的质量浓度,结果见表 2,色谱图见图 1。

表 2 金莲花露中荭草苷的测定结果

Table 2 Determination of orientin in Trollius Beverage

批号	荭草苷/(mg·mL ⁻¹)	批号	荭草苷/(mg·mL ⁻¹)
031208-1	0.092 01	031209-3	0.094 76
031208-2	0.094 80	031210-1	0.101 00
031208-3	0.097 23	031210-2	0.945 60
031209-1	0.090 73	031210-3	0.903 10
031209-2	0.093 03	031210-4	0.928 80

3 讨论

采用紫外分光光度法对金莲花露中总黄酮进行测定,方法稳定、简便快速、准确可靠,可以用于控制产品中的总黄酮。对金莲花露采用 RP-HPLC 法测定其主要成分荭草苷,经方法学考察和回收率试验证明,该方法具有样品处理简便快速、灵敏、专属性强等优点。采用检测总黄酮和主要活性成分的双重

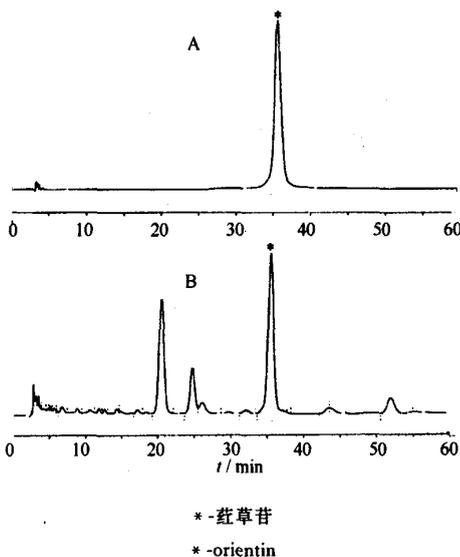


图 1 荭草苷对照品(A)和金莲花露(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of orientin reference substance (A) and Trollius Beverage (B)

质控方法,可用于控制产品的质量。

References:

[1] Li S Z. Determination of the content of total flavonoids in Jinlianhua Tablets [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1988 (4): 15-16.
 [2] Zou X M, Li J C, Zhang L H. Study on the quality standard of Jinlianhua Tablets in Mongolian drugs [J]. *J Med Pharm Chin Minorities* (中国民族医药杂志), 1999, 5 (3): 42-44.
 [3] Ling X Y, Zao Z J. Determination of the content of total flavonoids in Jinlianhua granules [J]. *J Mod Appl Pharm* (现代应用药学), 1995, 12 (4): 45-46.
 [4] Huang W Z, Liang X. Determination of the content of two flavonoids in *Trollius ledebourli* Reichb by HPLC [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 2000, 35 (10): 658-659.
 [5] Su L J, Li C, Liu L J. Determination of the content of orientin and vitexin in *Trollius macropetalus* Fr. Schmidt [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1997, 28 (3): 151-152.

正交试验优选那如-3 凝胶剂的提取工艺研究

温爱平¹, 郭林祥², 刘云乐³

(1. 内蒙古医学院 药理学系, 内蒙古 呼和浩特 010059; 2. 内蒙古自治区医院, 内蒙古 呼和浩特 010020;

3. 复旦蒙药研发中心, 上海 200433)

那如-3 凝胶剂是由草乌、诃子、葶苈组成的新型蒙药制剂,具有祛寒、痛痹、除湿、通络的协同作用,用于治疗风湿病。那如-3 传统剂型丸剂口服困难且毒性较大,具有一定的局限性,故拟将其剂型改为凝胶剂,本实验采用 3 种不同的方法提取有效成

分,以草乌中生物碱和葶苈中胡椒碱作为指标优选出最佳提取方法并对其提取工艺条件进行了考察。

1 仪器与试剂

美国 Agilent 1100 高效液相色谱仪,包括四元泵、在线脱气机、自动进样器;DAD 紫外检测器;HP