

[2] Wang G L. The improvement of the law of water drawing and alcohol sinking [J]. *Chin Hosp Pharm J* (中国医院药学报), 1998, 18 (11): 511-513.
 [3] Zhang W Q, Ling H J, Jin X R, et al. Study on the chitosan

floculating of tannic acid [J]. *J Functional Polymers* (功能高分子学报), 1998, 11 (3): 375-378.

[4] Xi N Z, Gu X Q. *Pharmacy* (药剂学) [M]. Beijing: People Education Press, 1987.

康心滴丸中葛根素的 HPLC 测定

邱智东, 董金香, 王 凯
 (长春中医学院, 吉林 长春 130117)

康心滴丸由葛根、三七、麝香组成, 活血化瘀, 通脉止痛, 用于冠心病、心绞痛、心血瘀阻证, 症见胸部刺痛、绞痛, 固定不移, 痛引肩背或臂内侧, 胸闷, 心悸不宁, 唇舌紫暗, 脉细涩。葛根为处方中的君药, 葛根素是葛根的主要活性成分。为建立康心滴丸的质量标准, 本实验采用 HPLC 法测定葛根素, 具有简便快捷、准确可靠的特点。

1 材料与仪器

康心滴丸由本实验室自制, 葛根素对照品购于中国药品生物制品检定所, 批号 P52-200108, 供测定用。试剂为色谱纯或分析纯。

日本岛津 LC-2010A 高效液相色谱仪, SPD-10AVP 检测器。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验: 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 甲醇-水 (25:75) 为流动相; 检测波长为 254 nm。理论板数按葛根素峰计算应不低于 4 000。在此条件下, 供试品溶液中葛根素和其他成分可达到基线分离, 葛根素峰与相邻色谱峰的分度度大于 1.5, 阴性对照无干扰。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取葛根素对照品适量, 用 30% 乙醇制成 0.08 mg/mL 的溶液, 摇匀, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品约 0.5 g, 研细, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加 30% 乙醇 20 mL, 超声处理 (100 W, 40 kHz) 30 min, 放冷, 用 30% 乙醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过。精密吸取续滤液 5 mL 置 100 mL 量瓶中, 用 30% 乙醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 线性关系考察: 分别精密吸取葛根素对照品溶液 2、5、10、15、20 μ L, 注入液相色谱仪, 测定。以测得的峰面积积分为纵坐标, 以进样量为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 4\ 591\ 627.272 X - 150$

759.439, $r = 0.999\ 2$, 线性范围: 0.156~1.56 μ g。

2.5 空白试验: 按样品制备时的取样量, 折算成处方中除葛根外其他药材的取样量, 制成样品, 按供试品溶液的制备方法, 制成空白溶液。空白溶液、供试品溶液及对照品溶液分别按进样测定。结果供试品及对照品溶液在相应保留时间处有吸收峰, 而空白溶液无吸收峰, 说明空白溶液无干扰。见图 1。

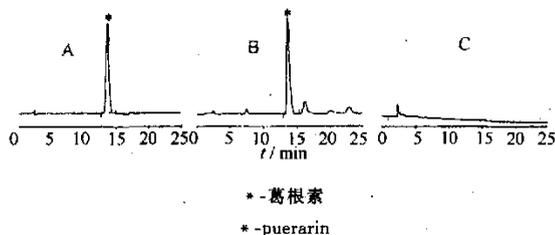


图 1 葛根素对照品(A)、康心滴丸(B)和缺葛根的空白对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of puerarin reference substance (A), Kangxin Dropping Pill (B), and sample without *Radix Puerariae* (C)

2.6 精密度试验: 取葛根素对照品溶液 10 μ L, 注入色谱仪, 测定峰面积积分值, 共进样 5 次, 结果 RSD 为 0.19%。

2.7 稳定性试验: 取同一供试品溶液, 在 0、2、4、6、8 h 测定葛根素的峰面积积分值, 结果葛根素在供试品溶液中 8 h 之内是稳定的, RSD 为 1.35%。

2.8 重现性试验: 取批号为 040211 样品, 制备供试品溶液, 平行独立测定 5 次, 计算葛根素的质量分数, 结果 RSD 为 1.35%。

2.9 回收率试验: 取批号为 040214 样品 (葛根素的质量分数为 65.280 4 mg/g) 约 0.25 g, 精密加入 8.196 6 mg/mL 葛根素对照品溶液 2 mL, 制备供试品溶液, 进样测定, 结果平均回收率为 97.53%,

(下转第 1570 页)

间测定梓醇,结果见表 2(* 为 2001 年检测结果)。

表 1 鲜生地不同保鲜方法贮藏试验的结果

Table 1 Result of different storing for fresh

R. glutinosa stem tuber

保鲜方法	贮藏时间/月				
	0	3	6	9	12
沙埋法	黄色无腐烂	腐烂 50%	完全腐烂	—	—
真空冷藏	黄色无腐烂	腐烂 70%	完全腐烂	—	—
充氮冷藏	黄色无腐烂	腐烂 70%	完全腐烂	—	—
真空冷冻	黄色无腐烂	黄色无腐烂	黄色无腐烂	黄色无腐烂	黄色无腐烂
充氮冷冻	黄色无腐烂	黄色无腐烂	黄色无腐烂	黄色无腐烂	黄色无腐烂

表 2 鲜生地不同贮藏方法 1 年内梓醇的测定结果 (n=3)

Table 2 Catalpol in fresh *R. glutinosa* stem tuber with different storing within one year (n=3)

保鲜方法	梓醇/%				
	0 月	3 月	6 月	9 月	12 月
沙埋法	2.63*	2.47*	2.35*	—	—
真空冷藏	2.69*	2.56*	2.11*	—	—
充氮冷藏	—	—	—	—	—
真空冷冻	3.05	—	—	3.88	3.97
充氮冷冻	3.05	—	—	3.23	3.30

可见,鲜生地经沙埋贮藏及冷藏贮藏后所测定的梓醇无明显下降,6 个月后因所剩无几不能再使用,因而无检测意义^[2]。而冷冻贮藏法测定的梓醇非但无下降,反而上升,且在 1 年后比较 9 个月时上升明显,同时发现经冷冻贮藏后的聚乙烯薄膜袋内附着少许结冰,考虑系贮藏过程中散失了水份所致。

3.4 鲜生地汁的保鲜:将鲜生地榨成汁在室温、空气中放置 20 min 后颜色变深成黑褐色,考虑系由于鲜生地极易氧化所致。故未做进一步研究。

4 讨论

4.1 采用冷冻贮藏保鲜的方法可使鲜生地在 1 年

内保持原有的外观性状和新鲜状态,此方法操作简便、成本低廉,对设备的要求不高。

4.2 在短时间内,最好是 3 个月内使用沙埋贮藏和冷藏贮存的方法即可获得较高的梓醇质量浓度,而在需要长时间贮藏并仍可保留一定质量浓度的梓醇时,冷冻贮藏是较好的方法。

4.3 鲜药治病关键在起“鲜”,即在植物精华最丰富的时节,当日采摘,当日加工,取其鲜汁。鲜品中药具有药鲜、汁醇、气味俱纯的特点,最能保持药品的天然性能,正如金元四大家之一刘完素所云“采其鲜者,其力足耳”。从大量的古代本草及方书文献中可以发现,鲜药在治疗疑难杂症、危急重症解毒外治等方面有别于药的特殊作用,“中药鲜用”、“生着优良的观点,是几千年来大量临床实践的经验总结,用现代科学观点及语言来说,就是要在药材的采集、运输、加工、使用等整个过程中最大限度地保持药物的生物活性,合理地使用其有效成分,以利更好地发挥其药效。

4.4 鲜生地味甘苦,性大寒,苦寒泄热,甘寒质润,以养阴润燥,入心肝血分,其清热生津,凉血止血之功优于干地黄。鲜药富含汁液,滋润养阴,以补阴虚而能降火,鲜药自然汁又往往多具行散之性,能取凉血行散,止血而不留瘀之效。据现代试验证明生地其乙醇提取物可促使血液凝固而有止血作用,而干地黄在炮制过程中,其促进血液凝固的成分遭到破坏。

References:

- [1] Jia J W. Clinical study of the treatment of 38 patients with severe hepatitis using *Fresh Rehmannia* root juice plus Traditional-Western medicine [J]. *J Tradit Chin Med* (中医杂志), 2001 (42): 611-612.
- [2] Li J P, Zhou F J, Jia J W, et al. The affection different storing on catalpol concentration [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(3): 273.

(上接第 1505 页)

RSD 为 2.02% (n=5)。

2.10 样品测定:分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL,注入液相色谱仪,测定。结果见表 1。暂定每粒含葛根素不得少于 1.25 mg。

3 讨论

根据葛根素的紫外吸收图及空白试验,选择测定波长为 254 nm。

本制剂采用聚乙二醇 4 000 为基质,辅料对于主

要成分的测定没干扰。

表 1 康心滴丸中葛根素测定结果 (n=2)

Table 1 Determination of puerarin in Kangxin Dropping Pill (n=2)

批号	葛根素/(mg·粒 ⁻¹)
040206	1.337
040208	1.370
040211	1.280