

图 1 盐酸小檗碱(A)、黄连(B)、生地(C),合煎剂 1 : 1、1 : 4、1 : 8 比例(D、E、F)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of berberine (A), *Rhizoma Coptidis* (B), dried *Radix Rehmannia* (C), and their different compatibility ratio of 1 : 1, 1 : 4, 1 : 8 (D, E, F)

例中,黄连与生地以 1 : 8 配伍组,其小檗碱溶出率

明显高于 1 : 1、1 : 4 配伍组,说明临床工作发现的大剂量生地配伍黄连能明显增强黄连丸的降糖效应确有其物质基础。至于大剂量生地能增加小檗碱溶出率的化学基础可能与生地含有大量的脂肪酸、磷酸有关,后者可以降低 pH 值,而小檗碱等生物碱的溶出率会随着 pH 值的降低而升高。此外,黄连丸中生地的活性成分梓醇在不同配伍比例中的变化,有待进一步研究。

References:

[1] Chen K J. Therapeutic observation of 23 diabetes cases [J]. *J Tradit Chin Med* (中医杂志), 1961 (5): 17-19.
 [2] Li Z, Ma G F. Experimental study on decoction of *Radix Rehmanniae* and *Radix Coptis* affecting fasting blood-glucose, serum insulin in mice with alloxan diabetes [J]. *Liaoning J Tradit Chin Med* (辽宁中医杂志), 2000, 27 (12): 573-574.
 [3] Chen Q M, Xie M Z. Studies on the hypoglycemic effect of *Coptis chinensis* and berberine [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1986, 21 (6): 401-403.
 [4] Ni Y X, Liu A F, Gao Y F. Therapeutic effect of berberine on 60 patients with type I diabetes mellitus and experimental research [J]. *J Integr Tradit West Med* (中西医结合杂志), 1988, 8 (12): 711-713.

HPLC 法测定清肌瘤胶囊中牻牛儿酮

何秀英, 章建民, 何娟

(浙江省立同德医院, 浙江 杭州 310007)

清肌瘤胶囊是由水蛭、莪术、三七、蜈蚣等 8 味中药组成的复方制剂,具有活血破瘀、祛痰通络、消积化癥之功效,主要用于瘀痰互结胞宫、子宫肌瘤、月经延期、经量较少、小腹疼痛。为控制该制剂质量,本实验对其中莪术的牻牛儿酮进行测定,为该药的质量控制提供了定量评价方法。

1 仪器与试剂

LC-10AT 型高效液相色谱仪,SPD-10A 型紫外检测器(日本岛津)。牻牛儿酮对照品(中国药品生物制品检定所,批号 111665-200401);乙腈为色谱纯,水为超纯水,其他试剂均为分析纯。清肌瘤胶囊与缺牻牛儿酮的阴性对照均由本院制剂室提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Hypersil CN (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水 (40 : 60); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 210 nm; 进样量: 20 μL。理论板数按牻牛儿酮峰计算应不低于 5 000。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取牻牛儿酮对照品 19.0 mg, 置 25 mL 量瓶中, 用乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品贮备液(牻牛儿酮质量浓度为 760 μg/mL)。精密吸取贮备液 1 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 即得(牻牛儿酮的质量浓度为 15.2 μg/mL)。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品内容物 3 g, 精密称定, 置 50 mL 锥形瓶中, 精密加入乙醇 50 mL, 密塞, 称定质量, 浸泡过夜, 超声提取 30 min, 取出, 放冷, 用流动相补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 阴性对照溶液的制备: 缺莪术的阴性对照, 按供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。

2.5 干扰试验: 照上述色谱条件, 精密吸取供试品溶液、对照品溶液、阴性对照溶液各 20 μL 分别注入液相色谱仪。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 有相同保留时间的色谱峰, 而阴性对照液在

此保留时间无干扰(图 1)。

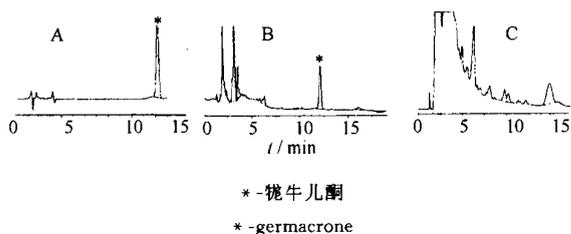


图 1 牻牛儿酮对照品(A)、清肌瘤胶囊(B)和阴性对照(C)的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of germacrone reference substance (A), Qingjiliu Capsules (B), and negative sample (C)

2.6 线性关系考察:精密吸取上述牻牛儿酮对照品贮备液(质量浓度为 760 $\mu\text{g}/\text{mL}$),用乙醇稀释含牻牛儿酮 76 $\mu\text{g}/\text{mL}$,精密吸取稀释液一定量,用流动相稀释得到 1.9、3.8、7.6、15.2、22.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的系列溶液。按上述色谱条件分别进样,测定峰面积。以峰面积为纵坐标,以质量浓度为横坐标进行线性回归,得回归方程 $Y = 529.44 + 32\,393.50 X$, $r = 0.999\,9$,表明牻牛儿酮进样量在 1.9~22.8 μg 与峰面积有良好线性关系。

2.7 精密度试验:取同一供试品溶液 20 μL ,按上述色谱条件进行测定,重复进样 5 次,测定牻牛儿酮峰面积,结果 RSD 为 0.18%。

2.8 稳定性试验:精密吸取同一供试品溶液 20 μL ,按上述色谱条件测定,每隔 2 h 进样一次,测定峰面积,连续测定 6 次,结果 RSD 为 0.81% ($n = 6$),表明样品在 10 h 内稳定。

2.9 重现性试验:取同一批样品内容物,精密称取 5 份,分别按供试品溶液制备方法平行制备,各精密吸取 20 μL ,按上述色谱条件测定,该样品中牻牛儿

酮平均质量分数为 70 $\mu\text{g}/\text{g}$,RSD 为 2.26% ($n = 5$)。

2.10 加样回收率试验:精密称取含牻牛儿酮 70.02 $\mu\text{g}/\text{g}$ 的样品内容物 6 份,各约 1.5 g,分别精密加入 760 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的牻牛儿酮对照品贮备液约 0.14 mL,按供试品溶液制备方法制备,并按上述色谱条件测定,计算回收率。结果平均回收率为 96.9%,RSD 为 1.09%。

2.11 样品测定:精密称取样品内容物按供试品溶液制备方法制备,分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 20 μL ,按上述色谱条件测定峰面积,计算样品中牻牛儿酮的质量分数,结果见表 1。

表 1 清肌瘤胶囊中牻牛儿酮的测定结果 ($n = 3$)

Table 1 Determination of germacrone in Qingjiliu Capsule ($n = 3$)

编号	牻牛儿酮/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	RSD/%
050908	70.1	2.02
050816	70.3	1.21
051114	69.7	1.42

3 讨论

对中药制剂中莪术的有效成分牻牛儿酮的测定方法鲜有报道,本法是参考了《中国药典》2005 年版一部莪术油项下的方法经改进后建立的。

比较不同流动相系统,如采用乙腈-水(35 : 65),但牻牛儿酮对照品保留时间过长且峰形不理想;采用文献报道的甲醇-水(80 : 20)^[1],由于样品成分复杂,各组分分离效果均不佳。结果表明,以乙腈-水(40 : 60)为流动相不仅保留时间缩短,且分离也最为理想。

Reference:

[1] You J, Yu Y W, Li Q P, et al. Determination of zedoary turmeric oil microsphere [J]. Chin Tradit Pat Med (中成药), 2005, 27 (1): 25-28.

HPLC 法测定黄金菊含片和胶囊中莪草苷

尹秀莉, 张贵君*

(北京中医药大学中药学院, 北京 100102)

黄金菊含片及胶囊系采用毛茛科植物金莲花 *Trollius chinensis* Bunge 的干燥花为君药, 配伍另外两种清热解毒的中药制成的制剂, 临床上主要用于

治疗上呼吸道感染、咽炎、扁桃体炎等。金莲花具有很好的抗菌、抗病毒作用^[1~3], 其所含的黄酮类化合物莪草苷(orientin)为主要活性成分。本研究采用高

收稿日期: 2005-11-10

作者简介: 尹秀莉(1972—), 女, 黑龙江人, 硕士, 主管药师, 1995 年毕业于黑龙江中医学院, 工作于黑龙江海员总医院, 研究方向为中药鉴定方法学。E-mail: xiuliyin@163.com

* 通讯作者 张贵君 E-mail: guijunzhang@163.com