

$\mu\text{g/mL}$),按供试品溶液制备方法处理,测定大豆苷元、黄豆黄素、染料木素的质量分数,计算平均回收率。结果大豆苷元 97.8%、黄豆黄素 99.1%、染料木素 97.9%,RSD 分别为 2.02%、1.93%、1.84%。

2.9 样品测定:取 3 批血脂康胶囊,每批重复测定 3 次,外标法计算大豆异黄酮的质量分数,色谱图见图 1,结果见表 1

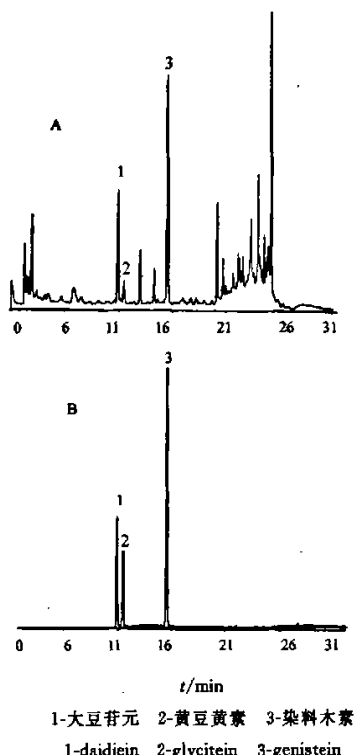


图 1 血脂康胶囊(A)和混合对照品(B)的 HPLC 图
Fig. 1 HPLC Chromatograms of Xuezhikang Capsula (A) and mixed reference substances (B)

3 讨论

大豆苷元、黄豆黄素、染料木素的紫外最大吸收分别是 247、256、260 nm,由于 3 者中黄豆黄素的量最小,为提高其检测灵敏度,选择 256 nm 为检测波长。

血脂康胶囊为红曲发酵产品,含大量色素类成

表 1 血脂康胶囊中异黄酮的测定结果($n=3$)

Table 1 Determination of isoflavones in Xuezhikang Capsula ($n=3$)

批号	大豆苷元/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	黄豆黄素/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	染料木素/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)
Y20051008	89.2	54.4	158.8
Y20051117	92.4	61.0	163.2
Y20060207	95.1	60.5	160.6

分,以甲醇或 75%乙醇作为提取溶剂时,色素类成分提取得较多,提取液颜色很深,影响色谱柱寿命。以乙腈作为提取溶剂,色素类成分提取得少,对色谱柱损伤小。同时经过试验,使用乙腈加热回流提取 3 次能将被测组分提取完全。

大豆异黄酮在各种溶剂中的溶解度较差,0.3 g 血脂康胶囊内容物的乙腈提取物完全转溶至 5 mL 量瓶中也比较困难,选用 MeOH-DMSO(1:1)作为溶剂,可以很好地克服溶解问题,并且对色谱行为没有影响。

笔者曾检测过样品中相应大豆苷量的情况,结果发现血脂康胶囊中大豆苷的量极少,推测在发酵过程中,苷在微生物的作用下转化成了相应的苷元。根据文献报道^[2],苷元的生物活性较苷的生物活性更强。

References:

- [1] Kou W R. The basic and clinic study of Xuezhikang [J]. *China Prescr Drug* (中国处方药), 2005, 40(7): 62-67.
- [2] Liu F. The processing of soybean isoflavones in the protection against cancer and coronary heart disease [J]. *J Prev Med Chin PLA* (解放军预防医学杂志), 2003, 21(4): 304-306.
- [3] Yang J Y, Zhang Y F, Wang Y L, et al. The application and physiology function of soybean isoflavones [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2003, 25(9): suppl2-suppl4.
- [4] Zhang Y M, Sun X B, Gao X N. UV Determination of total isoflavones in soybean [J]. *Chin J Public Health*, 2000, 12(4): 7-9.
- [5] Barnes K A. A microbore HPLC/ESI-MS method for the determination of the phytoestrogens genistein and daidzein in comminuted baby food and soyaflour [J]. *Rapid Commun Mass Spectrom*, 1998, 12(3): 130-138.
- [6] Kinoshita E. Differentiation of soy sauce types by HPLC profile pattern recognition. Isolation of novel isoflavones [J]. *Adv Exp Mep Boil*, 1998, 439: 117-129.

《中草药》杂志被评为“第五届中国百种杰出学术期刊”

2006 年 10 月 27 日中国科学技术信息研究所公布了“第五届中国百种杰出学术期刊”名单,《中草药》杂志获此殊荣——“第五届中国百种杰出学术期刊”。这个名单是按照期刊评价指标体系对重要指标(影响力因子、总被引频次、他引总引比、基金论文比和即年指标)进行打分的结果,并在近几年来召开了 20 余场专家研讨会,对评价指标不断进行推敲和改进而评出的。

摘自中国科学技术信息研究所《2005 年度中国科技论文统计与分析年度研究报告》

规定,并在相应制剂的批准注册文件中以适当的形式注明。

5 制剂中挥发油的检测

5.1 复方制剂中挥发油的测定:需根据品种的具体情况选择合适的检测指标及方法。挥发油中所含有效成分不够明确的,可测定挥发油的总量或醚溶性浸出物量;挥发油中所含有效成分明确的,可采用 GC 法测定有效成分的量。

5.2 挥发油中有效部位的测定:由于挥发油中所含有效部位的结构(如萜类)中经常缺少发色团、助色团,难以直接用比色法对其所含有效的大类成分总量进行测定;同时,由于结构中经常缺少活泼基团,也难以利用化学反应后生成物的特性进行大类成分的测定。建议加强前期的基础研究,如采用 GC-MS 法对挥发油中的有效部位进行研究,明确有效部位中所含具体成分的结构及其在 GC 图谱中的位置,以有效部位中代表性成分为内标或采用对照品为外标,以有效部位中相同结构类型成分的峰面积之和进行归一化法定量。将测定单一成分的量与测定大类成分的量结合起来,采用 GC 方法同时测定两个指标。建议尽量考察同类结构成分中不同成分对气相色谱检测器响应的差异,避免差异过大对定量结果产生影响。该方法可排除其他结构类型成分的干扰,其专属性优于直接比色法。挥发油中有效部位的量应规定上下限,以保证不同批次产品质量的稳定。

5.3 其他:同种挥发油的特殊气味、挥发性、相对密度、在乙醇中的溶解度、比旋光度、折光性等物理参数相对稳定,是鉴别的重要指标。考虑到挥发油中所含成分易挥发、稳定性相对较差等特点,采用主要成分的相对保留时间、几个主要特征成分之间的峰面积比等指标进行质量控制,具有积极的意义。此外,还可根据挥发油中所含成分的特点,视情况建立碘值、酸值、酯值、醛酮量检查等项目。

6 挥发油的稳定性

稳定性研究中,需采用能够灵敏反映挥发油稳定性的指标,如可采用 GC-MS 法,对色谱峰数量的多少及峰面积的大小进行考察,以了解相关成分的稳定性状况,以及不同成分相互转化的情况。考虑到挥发性成分的稳定性相对较差,建议进行稳定性影响因素试验,考察温度、光线等对挥发油稳定性的影响。若为液体制剂,还需要考察低温下挥发油是否会出现分层、析晶等现象。此外,需根据挥发油的稳定性选择贮存条件与包装材料,如采用棕色瓶,密封并低温贮藏。若直接接触药品的包装材料采用塑料等高分子材料,还需考虑包装材料与挥发油所含成分的相容性。

由于挥发油具有挥发性,在贮存过程中容易损失,故在制剂过程中需采用必要措施提高其稳定性。若为液体制剂,可加入增溶剂、乳化剂等。若为固体制剂,可采用吸附或包合的方法,或将其制成软胶囊、微囊或微球等。用 β -环糊精包合挥发油是目前较常用方法,包合后可提高挥发油稳定性,但需注意提高包合率,减少挥发油的损失。必要时,还可在制剂过程中采用充氮、避光、加合适的抗氧剂等方法提高制剂中挥发油的稳定性。

7 结语

由于挥发油所含成分的特殊性,在含挥发油中药新药的研究和生产过程中,在挥发油的提取、质量控制等方面存在着一些问题。建议加强基础研究及质量控制研究,选用符合要求的药材,采用合适的工艺和质量控制方法等,以保证药品的安全性、有效性和质量可控性。

References:

- [1] Wu S J, Zhao T, Qin Y Q. *Composition Chemistry of Modern Chinese Herbal Medicine* (现代中草药成分化学) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 2005.
- [2] Li W, Wei G, Pan C M, et al. Investigation on the influential factors of the volatile oil and main constituent content in *Pogostemon cablin* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2004, 29(1): 28-31.

《中草药》杂志重要启事

从 2008 年第 1 期开始本刊所刊用文章文后的参考文献使用原语种撰写,按照国家标准《文后参考文献著录规则》(GB/T 7714-2005)书写。参考文献书写示范例:

1 专著、论文集和学位论文

[序号]主要责任人.文献题名[文献类型标识].出版地:出版者,出版年.

[1]张铁军,陈常青.延缓衰老和抗疲劳中药现代研究与应用[M].北京:人民卫生出版社,2007.

[2]郁青,沈兆邦,陈祥,等.97'中国银杏开发研讨会文集汇编[C].上海:国家科委中国农村技术开发中心,1996.

[3]孔令义.前胡中降肺动脉压的有效成分及其相关化合物的化学研究[D].沈阳:沈阳药学院,1992.

2 期刊

[序号]主要责任人.文献题名[J].刊名,年,卷(期):起止页码.

[4]杨秀伟,赵静,欧阳顺和.天师果三萜皂苷成分的研究[J].中草药,2002,33(5):389-391.

[5] Markham K P, Ternai B, Stanley R, et al. Carbon 13 NMR studies of flavonoids I [J]. *Tetrahedron*, 1978, 34: 1389-1397.

3 论文集中的析出文献

[序号]析出文献主要责任人.析出文献题名[A].原文献主要责任人.原文献题名[C].出版地:出版者,出版年.

[6]黄熙,马援,任平.“证治药理学”假说的科学依据与前景[A].陈可冀.迈向 21 世纪的中西医结合[C].北京:中国医药科技出版社,1991.

4 国际、国家标准

[序号]标准名称[S].发布时间.

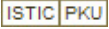
[7]中国药典[S].一部.2005.

5 专利

[序号]专利所有者.专利题名[P].专利国别:专利号,出版日期.

[8]姜锡洲.一种温热外敷药制备方案[P].中国专利:CN881056073,1989-07-26.

信息

刊名: 中草药 
英文刊名: CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS
年, 卷(期): 2007, 38(11)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200711058.aspx