

图1 甲基橙皮苷对照品(A)、脑络通胶囊(B)和阴性对照(C)的HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of methylhesperidin reference substance (A), Naoluotong Capsula (B), and negative sample (C)

均回收率为100.03%,RSD为0.32%。

2.11 样品测定:取3批脑络通胶囊,制备供试品溶液。精密吸取供试品溶液和对照品溶液各5 μL,按色谱条件进样测定,外标一点法计算甲基橙皮苷的质量分数,结果见表1。

表1 脑络通胶囊中甲基橙皮苷的测定结果(n=3)

Table 1 Determination of methylhesperidin in Naoluotong Capsula (n=3)

批号	甲基橙皮苷/(mg·粒 ⁻¹)	RSD/%
20060403	6.4	0.68
20060502	6.6	0.42
20060503	6.9	0.59

3 讨论

甲基橙皮苷在碱液中易开环生成查耳酮类似物,而在酸性溶液中较稳定,故实验选择在酸性环境中检测。对不同比例和不同pH值的流动相系统进行了考察,结果表明甲醇-0.3%冰醋酸溶液(38:62)具有最佳的分离效果。

甲基橙皮苷对照品溶液在200~400 nm波长进行扫描,结果在283 nm波长处有最大吸收,故选择283 nm作为甲基橙皮苷的测定波长。

Reference:

- [1] Suo Z R, Zheng J B, Zhu X H. HPLC Analysis of methylhesperidin and vitamin C in compound trivitamin and linolic acid soft capsules [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2005, 25(9): 1012-1014.

RP-HPLC法测定荆芥饮片中齐墩果酸和熊果酸

曹雨诞,张丽,杨梅,丁安伟*

(南京中医药大学药学院,江苏 南京 210029)

荆芥为唇形科植物荆芥 *Schizonepeta tenuifolia* Briq. 的干燥地上部分,主产于河北、江苏、安徽、山东。荆芥最早以“假苏”一名载于《神农本草经》,被列为中品,荆芥之名始载于《吴普本草》。荆芥性温、味辛,亦有人认为其性平或凉;其生品具有祛风解表,宣毒透疹,散瘀止血之功效,主治风寒感冒、咽喉肿痛、头痛、风疹、麻疹、疮疡初起等多种皮肤病。荆芥穗饮片效用同荆芥,唯发散性较强。荆芥炒炭后专攻止血,用于吐血、衄血、便血、崩漏、产后血晕等。荆芥及荆芥炭中含有齐墩果酸和熊果酸^[1]。为探讨荆芥

炭止血机制,考察荆芥炒炭前后化学成分的变化,本实验以甲醇为提取溶剂,超声提取,采用高效液相色谱法测定荆芥各饮片中齐墩果酸和熊果酸的量。

1 仪器和试剂

Waters515 高效液相色谱仪, Waters2487 紫外检测器, Waters717 自动进样器。

齐墩果酸(批号110742-200214)和熊果酸(批号11072-200314)对照品由中国药品生物制品检定所提供。

甲醇为色谱纯(淮安精细化工研究所),水为亚

收稿日期:2007-03-02

基金项目:国家“十五”攻关项目(2001BA701A11)

*通讯作者 丁安伟 Tel:(025)85811523 E-mail:daw105@163.com

沸蒸馏水,其余试剂均为分析纯。

荆芥、荆芥穗产地有河北、江苏、山东,共 10 批。炒炭后分别得到 10 批荆芥炭饮片、10 批荆芥穗炭饮片。荆芥和荆芥穗经本校中药鉴定教研室吴启南教授鉴定为唇型科植物荆芥 *S. tenuifolia* Briq. 的干燥地上部分。

2 方法与结果

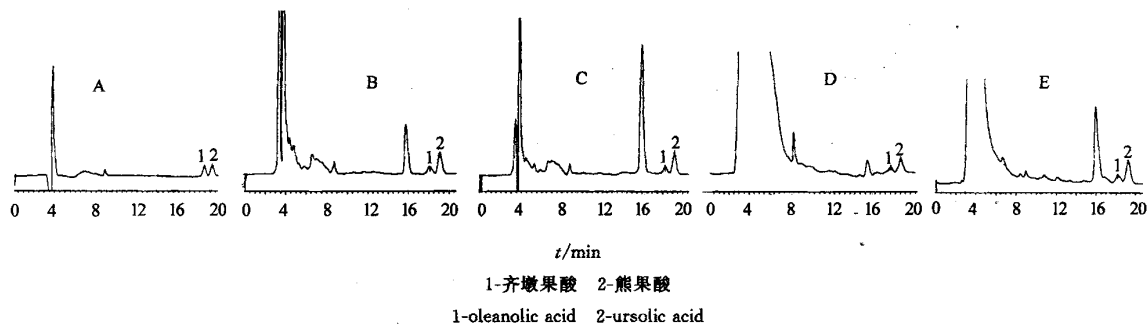


图 1 齐墩果酸、熊果酸混合对照品(A)、荆芥(B)、荆芥穗(C)、荆芥炭(D)、荆芥穗炭(E)HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of mixed reference substances (A), *Herba Schizonepetae* (B), *Spica Schizonepetae* (C), *Herba Schizonepetae Carbonisatum* (D), and *Spica Schizonepetae Carbonisata* (E)

0.5 g、荆芥饮片粗粉 1.0 g、芥穗炭饮片粗粉 2.0 g、荆芥炭饮片粗粉 4.0 g,精密称定,置 25 mL 具塞锥形瓶中,加入 10 mL 甲醇,超声处理(功率 250 W,频率 50 kHz)20 min,滤过;滤渣和滤纸再加 10 mL 甲醇,超声处理(功率 250 W,频率 50 kHz)20 min,滤过,用适量甲醇洗涤 2 次,合并两次滤液,洗涤液置 25 mL 量瓶中,微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。

2.3 线性关系的考察:取齐墩果酸和熊果酸对照品各 5 mg,精密称定,分别置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,得含齐墩果酸 0.519 mg/mL 和含熊果酸 0.544 mg/mL 的溶液作为对照品储备液。从中分别精密量取 2.0 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,得含齐墩果酸 0.103 8 mg/mL 和含熊果酸 0.108 8 mg/mL 的混合对照品溶液。再采用逐级稀释法,得含齐墩果酸 6.488、12.975、25.95、51.9 μg/mL 和含熊果酸 6.80、13.6、27.2、54.4 μg/mL 对照品溶液,按照上述色谱条件分别进样 10 μL,记录峰面积。以相应峰面积为纵坐标,质量浓度为横坐标绘制标准曲线,计算,得齐墩果酸回归方程 $A = -3476.54 + 9506.083 C$ ($r = 0.9997$),熊果酸回归方程 $A = 4799.958 + 8272.843 C$ ($r = 0.9998$),表明齐墩果酸在 0.064 88~1.038 μg,熊果酸在 0.068 0~1.088 μg 线性关系良好。

2.4 精密度试验:取含齐墩果酸(0.051 9 mg/mL)和熊果酸(0.054 4 mg/mL)的混合对照品溶液 10 μL,重复进样 6 次,分别测定峰面积,结果齐墩果酸

2.1 色谱条件:色谱柱为 Agilent Zorbax Extend-C₁₈(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:乙腈-1%冰醋酸水(80:20);体积流量为 0.6 mL/min;测定波长为 205 nm;柱温为 25 °C。在上述色谱条件下,齐墩果酸峰和熊果酸峰呈较好分离,色谱图见图 1。以熊果酸峰计算理论板数为 10 000,其分离度为 1.5。

2.2 供试品溶液的制备:分别取荆芥穗饮片粗粉

的 RSD 为 1.67%,熊果酸的 RSD 为 2.03%。

2.5 稳定性试验:取河北产荆芥穗饮片(河北 1)的供试品溶液,分别于 0、2、4、6、8 h 测定峰面积值,结果齐墩果酸的 RSD 为 2.84%,熊果酸的 RSD 为 1.57%,表明供试品溶液在 8 h 内稳定性良好。

2.6 重现性试验:取河北产荆芥穗饮片(河北 1)6 份,制备供试品溶液,依法测定,结果齐墩果酸平均质量分数为 0.571 3 mg/g,RSD 为 2.91%;熊果酸的平均质量分数为 2.38 mg/g,RSD 为 2.86%。

2.7 回收率试验:取河北产荆芥穗饮片(河北 1)6 份,每份各 0.25 g,精密称定,两份一组,各组分别加入熊果酸对照品溶液(0.544 mg/mL)1.0、1.2、1.4,齐墩果酸对照品溶液(0.051 9 mg/mL)2.2、2.7、3.3 mL,依法测定,计算得熊果酸平均回收率为 100.54%,RSD 2.87%,齐墩果酸平均回收率为 97.72%,RSD 为 2.52%。

2.8 样品测定:共对 10 批荆芥、荆芥穗、荆芥炭饮片、荆芥穗炭饮片进行测定,分别进样 10 μL,结果见表 1。

可见,荆芥穗中的齐墩果酸和熊果酸的量最高,荆芥和荆芥穗炭中的量次之,荆芥炭中的量最低。表明荆芥经炒炭后,齐墩果酸和熊果酸有所破坏。曾有报道表明荆芥炭和荆芥穗炭中的熊果酸具有止血的功效,但实验结果却表明炒炭后熊果酸的量均有所下降,与临床荆芥经炒炭后止血作用加强相悖,故熊果酸是否可作为荆芥炭饮片止血活性成分有待进一步研究。

表 1 荆芥、荆芥穗饮片、荆芥炭、荆芥穗炭饮片中的齐墩果酸和熊果酸定量结果 (n=2)

Table 1 Determination of oleanolic acid and ursolic acid in *Herba Schizonepetae*, *Spica Schizonepetae*, *Herba Schizonepetae Carbonisatum*, and *Spica Schizonepetae Carbonisata* (n=2)

样品号	荆芥/(mg·g ⁻¹)		荆芥穗/(mg·g ⁻¹)		荆芥炭/(mg·g ⁻¹)		荆芥穗炭/(mg·g ⁻¹)	
	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸
河北 1	0.412 4	1.631 4	0.571 3	2.381	0.034 19	0.068 40	0.240 4	0.740 8
河北 2	0.359 1	1.174 8	0.517 5	1.632	0.029 46	0.078 43	0.273 2	0.796 1
河北 3	0.327 8	1.158 5	0.539 4	1.645	0.026 67	0.070 28	0.224 0	0.621 1
河北 4	0.338 6	1.452 8	0.531 1	1.499	0.033 18	0.092 50	0.216 0	0.534 0
河北 5	0.401 1	1.680 4	0.545 0	1.597	0.025 75	0.062 75	0.292 9	0.771 3
江苏 1	0.268 4	0.984 0	0.545 9	1.334	0.023 05	0.071 89	0.204 4	0.636 0
江苏 2	0.271 1	0.960 0	0.501 5	1.221	0.024 71	0.071 85	0.143 3	0.470 4
山东 1	0.283 5	1.047 9	0.490 4	1.076	0.020 98	0.066 90	0.137 2	0.307 7
山东 2	0.217 3	0.890 3	0.453 4	1.273	0.023 02	0.061 00	0.105 7	0.311 8
山东 3	0.209 7	0.622 5	0.412 5	1.324	0.021 24	0.051 20	0.136 7	0.395 3

3 讨论

齐墩果酸和熊果酸为五环三萜,属齐墩果烷型皂苷,为同分异构体。该两种成分常共存于植物体

中,其检测方法报道有蒸发光散射检测法(ELSD)和紫外分光光度法(UV)^[2~4]。本实验在选择检测方法时,先采用 ELSD 进行检测,但噪音过大且保留时间过长,因此改用紫外分光光度法,检测波长为 205 nm,流动相为乙腈-水。考虑到齐墩果酸和熊果酸为有机酸,在流动相中加入 1%冰醋酸,使得齐墩果酸和前面的干扰峰达到基线分离,分离度大于 1.5,同时齐墩果酸和熊果酸分离度达 1.5。

References:

- [1] Zhang L, Feng Y L, Ding A W. The research on the chemical components of *Schizonepeta tenuifolia* Briq. [J]. *J Chin Med Mater* (中草药), 2001, 24(3): 183-184.
- [2] Yang X M, Xu F M. Determination of oleanolic acid and ursolic acid in *Lycopus lucidus* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(10): aux 11-aux 31.
- [3] Pi W X, Cai B C, Qin J H. Determination of oleanolic acid and ursolic acid in Shanzhuyu Capsule [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(10): 1103.
- [4] Xie Y, Wu C H, Xie J B. Determination of oleanolic acid and ursolic acid in *C. pinnatifida* Bge. [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35(10): 1417-1418.

HPLC 法测定消炎片中黄芩苷

宋美姬

(吉林建筑工程学院,吉林 长春 130000)

消炎片是由蒲公英、紫花地丁、野菊花、黄芩组成的中药复方制剂,具有抗菌消炎之功效,用于呼吸道感染、发热、肺炎、支气管炎、咳嗽有痰、疔肿等的治疗。其中黄芩具有泻实火、除湿热的功效,用于壮热烦渴、肺热咳嗽、湿热泻痢、黄疸、热淋、目赤肿痛、痈肿疔疮的治疗;其主要含黄芩苷元、黄芩苷、汉黄芩素、汉黄芩苷和黄芩新素。因此本实验建立了 HPLC 法测定消炎片中黄芩苷的方法,为更好地控制产品的内在质量,完善该制剂的质量标准提供了依据。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10AT 全自动液相色谱仪,岛津 SPD-10A 紫外检测器,Class-vp 色谱工作站;黄芩苷对照品(供定量测定用,中国药品生物制品检定所提供,批号 110715-200514);甲醇为色谱纯,水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 检测波长的确定:黄芩苷对照品溶液于紫外分光光度计 200~500 nm 波长下进行扫描,结果在 280 nm 波长处有最大吸收,故选定检测波长为 280 nm。

2.2 色谱条件:KromasiL C₁₈柱(250 mm×4.6 mm 5 μm);流动相:甲醇-0.2%磷酸溶液(48:52);体积流量:0.8 mL/min;检测波长:280 nm;柱温:30 ℃。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取黄芩苷对照品 8.18 mg 置 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度。再精密吸取 0.65 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,即得。

2.4 供试品溶液的制备:取本品 20 片,研细,精密称取约 0.3 g,置 100 mL 量瓶中,加入 70%乙醇溶液适量,超声处理 50 min,取出,放冷,用 70%乙醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过。再精密吸取续滤液 3 mL,置 25 mL 量瓶中,用 70%乙醇溶液稀释至刻度,即得。

2.5 阴性对照溶液的制备:按本品的处方、制法制

RP-HPLC法测定荆芥饮片中齐墩果酸和熊果酸

作者: [曹雨诞](#), [张丽](#), [杨梅](#), [丁安伟](#)
作者单位: [南京中医药大学药学院, 江苏, 南京, 210029](#)
刊名: [中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2007, 38(12)

参考文献(4条)

1. [Zhang L;Feng Y L;Ding A W](#) [The research on the chemical components of Schizonepeta tenuifolia Briq](#) [期刊论文]-[中药材](#) 2001(03)
2. [Yang X M;Xu F M](#) [Determination of oleanolic and ursolic acid in Lycopus lucidus](#) 2003(10)
3. [Pi W X;Cai B C;Qin J H](#) [Determination of oleanolic acid and ursolic acid in Shanzhuyu Capsule](#) 2003(10)
4. [Xie Y;Wu C H;Xie J B](#) [Determination of oleanolic acid and ursolic acid in C. pinnatifida Bge](#) 2004(10)

本文读者也读过(10条)

1. [陈维深](#). [黄培良](#). [陈芑](#) [气质联用法分析炮制对青皮挥发油成分的影响](#)[期刊论文]-[中国中药杂志](#)2005, 30(17)
2. [欧阳荣](#). [张志国](#). [王芳](#) [HPLC测定荆芥中橙皮苷的含量](#)[期刊论文]-[中国中药杂志](#)2006, 31(6)
3. [李景丽](#). [胡本祥](#). [张琳](#) [茜草炭炮制前后显微鉴别研究](#)[期刊论文]-[中药材](#)2006, 29(8)
4. [丁安伟](#). [曹雨诞](#). [张丽](#). [杨梅](#) [RP-HPLC法测定荆芥各饮片中齐墩果酸和熊果酸的含量](#)[会议论文]-2005
5. [和颖颖](#). [丁安伟](#). [张丽](#). [陈佩东](#) [白茅根炮制前后5-羟甲基糠醛的含量变化](#)[会议论文]-2008
6. [姚晓东](#). [单鸣秋](#). [丁安伟](#). [张丽](#). [高静](#) [侧柏叶炮制前后总黄酮的含量变化](#)[会议论文]-2008
7. [赵学龙](#). [丁安伟](#). [张丽](#) [不同炮制程度丹皮炭中5-羟甲基糠醛的含量测定](#)[会议论文]-2008
8. [彭智聪](#). [张少文](#). [刘勇](#) [卷柏炒炭后对止血作用的影响](#)[期刊论文]-[中国中药杂志](#)2000, 25(2)
9. [黄海燕](#). [丁安伟](#). [张丽](#). [宋磊](#) [HPLC法测定炒蒲黄中3种黄酮苷元的含量](#)[期刊论文]-[江苏中医药](#)2007, 39(3)
10. [高静](#). [曾祥丽](#). [单鸣秋](#). [丁安伟](#) [正交设计法优选侧柏叶炒炭工艺](#)[期刊论文]-[江苏中医药](#)2008, 40(9)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200712023.aspx