

吸光度(A)曲线几乎重合,这表明银杏叶提取物经胶原纤维吸附后,已经全部除去了所含的鞣质。

3 讨论

本研究以戊二醛交联胶原纤维为吸附剂去除银杏叶提取物中鞣质。该吸附剂对鞣质具有较好的吸附选择性,可以完全除去银杏叶提取物中的鞣质,而有效成分基本不损失。由于该吸附剂为天然皮胶原纤维,使用安全。因此,胶原纤维吸附材料可用于中药提取物或制剂中鞣质的高选择性脱除。但需要进一步对其安全性进行评价。

参考文献:

- [1] 谢燕,张钧寿.银杏叶提取物制剂研究概况[J].中草药,2005,36(8):1267-1269.
- [2] 陈丽红,林秋香.银杏叶及其提取物的研究进展[J].海峡药

学,2005,17(5):3-5.

- [3] 李俊,李健,苏小建.银杏叶提取物杂质去除方法的研究[J].化学世界,1998(5):243-247.
- [4] 周维书.银杏叶及其制剂[M].北京:化学工业出版社,1995.
- [5] 张铭让,陈武勇.鞣制化学[M].北京:轻工业出版社,2005.
- [6] 石碧,狄荧.植物多酚[M].北京:科学出版社,2000.
- [7] 廖学品,马贺伟,陆忠兵,等.中草药提取物中单宁(鞣质)的选择性脱除[J].天然产物研究与开发,2004,16(1):10-15.
- [8] Liao X P, Shi B. Selective removal of tannins from medicinal plant extracts using a collagen fiber adsorbent[J]. *J Sci Food Agric*, 2005, 85(8):1285-1291.
- [9] 中国药典[S].一部.2005.
- [10] Mesbah M K, Khalifa S I, Gindy A E, et al. HPLC determination of certain flavonoids and terpene lactones in selected *Ginkgo biloba* L. phytopharmaceuticals[J]. *Il Farmaco*, 2005, 60:583-590.

HPLC法测定血脂平胶囊中丹皮酚

郑林,丁宁,陈荣发*
(贵阳中医学院,贵州 贵阳 550002)

血脂平胶囊由徐长卿、刺梨、绞股蓝、山楂、4味药材配制而成,为贵阳中医学院药厂生产的中药复方制剂,活血祛痰,用于高脂血症。处方徐长卿药材中的丹皮酚为控制生产工艺的指标性物质。丹皮酚在抗动脉粥样硬化、抗血栓形成、改善微循环、抗心律失常、抗肝纤维化、高血压等诸多方面都具有显著的疗效^[1]。《国家药品监督管理局标准(试行)》WS-10513(ZD-0513)-2002血脂平胶囊质量标准中采用紫外分光光度法测定,规定以徐长卿中丹皮酚计不得少于1.15 mg/粒。但紫外分光光度法在应用中出现重现性、稳定性差、前处理方法耗时长等不足。徐长卿药材中丹皮酚的测定方法有气相色谱法、高效液相色谱法等^[2,3]。《中国药典》2005年版一部徐长卿药材项下也采用HPLC法对丹皮酚进行控制。因此,本实验采用HPLC法对血脂平胶囊中指标性成分丹皮酚进行测定。

1 仪器、试剂与试药

Agilent 1100高效液相色谱仪(在线脱气机、单泵、VWD检测器、自动进样器、Agilent化学工作站),Specord 40紫外分光光度计、超声提取器(功率

250 W,频率34 kHz);甲醇为色谱纯和分析纯、水为重蒸馏水;丹皮酚对照品由中国药品生物制品检定所提供(批号0708-9704,供定量测定用);血脂平胶囊由贵阳中医学院药厂提供。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备:精密称取血脂平胶囊内容物0.5 g,置于圆底烧瓶中,精密加入25 mL甲醇,称定质量,回流提取30 min,放冷后,用甲醇补足减失质量,摇匀,用0.45 μ m微孔滤膜滤过,即得。同法制备徐长卿的阴性供试品溶液。

2.2 系统适用性试验: Lichropher 5 C₁₈色谱柱(150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m);流动相:甲醇-水(60:40);检测波长:274 nm;体积流量:1.0 mL/min;柱温:室温。供试品中丹皮酚色谱峰与其他成分得到较好分离,理论板数达7 000以上,分离值 R_s 1.5,色谱图见图1。检测结果较为理想,空白试验无干扰。

2.3 标准曲线的制备:精密称取丹皮酚对照品3.33 mg,置于25 mL量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,摇匀,制成质量浓度为133.2 μ g/mL的溶液。精密吸取对照品溶液2、4、6、8、10、12、14 μ L进样,并

* 收稿日期:2007-05-14

* 贵阳中医学院药学院07届毕业实习生

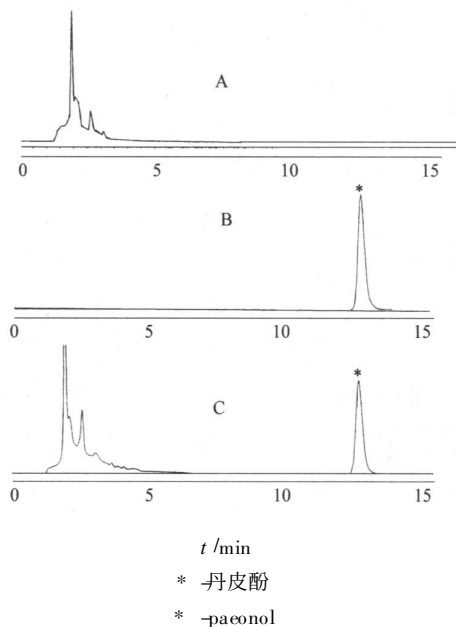


图 1 阴性对照 (A)、丹皮酚对照品 (B)和血脂平胶囊 (C)的 HPLC 色谱图

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

记录色谱图 以峰面积值 (A)为纵坐标,进样量为横坐标 (X)进行线性回归,得回归方程为 $A=4\,549.280\,8X-3.041\,14(r=1.000\,0)$,结果表明在 $0.266\,4\sim 1.864\,8\,\mu\text{g}$ 丹皮酚峰面积与进样量有良好的线性关系

2.4 精密度试验:精密吸取 $88.2\,\mu\text{g}/\text{mL}$ 丹皮酚对照品溶液 $10\,\mu\text{L}$,重复进样 6 次,记录色谱图,计算丹皮酚质量分数 RSD 为 0.18% 。

2.5 稳定性试验:取样品内容物 $0.5\,\text{g}$,制备供试品溶液,进样 5 次,在 $0\,2\,4\,6\,8\,\text{h}$ 进样测定,记录色谱图,计算丹皮酚的质量分数,结果 RSD 为 0.19% ,结果表明供试品溶液在 $8\,\text{h}$ 内稳定。

2.6 重现性试验:取样品,各 5 份,制备供试品溶液,进行测定,记录色谱图,计算得丹皮酚质量分数平均值为 $1.337\,\text{mg}/\text{粒}$,RSD 为 0.20% 。

2.7 回收率试验:取本品内容物 $0.25\,\text{g}$,各取 5 份,分别加入 $1.180\,5\,\text{mg}/\text{mL}$ 丹皮酚对照品溶液 $1\,\text{mL}$,制备供试品溶液,进样测定,计算回收率,结果丹皮酚的平均回收率为 99.27% ,RSD 为 0.84% 。

2.8 样品测定:取样品适量,制备供试品溶液,进样

测定峰面积值 取对照品溶液,对回归方程进行拟合成过原点的直线方程 $Y=4\,549.280\,8X$,将丹皮酚对照品溶液进样所得的峰面积分别代入两个方程计算,结果的相对偏差为 0.25% ,可以认为截距近似为零,故可以采用外标一点法进行计算。同时采用《国家药品监督管理局标准 (试行)》WS-10513(ZD-0513)-2002 中 UV 法测定,进行比较,结果见表 1

表 1 血脂平胶囊中丹皮酚的测定 ($n=3$)

Table 1 Determination of paeonol in Xuezhiping Capsula ($n=3$)

批 号	HPLC 法		UV 法	
	丹皮酚 / ($\text{mg}\cdot\text{粒}^{-1}$)	RSD %	丹皮酚 / ($\text{mg}\cdot\text{粒}^{-1}$)	RSD %
060101	1.502	0.3	1.489	1.1
060102	1.623	0.5	1.622	0.9
060103	1.665	0.6	1.654	1.2
060201	1.456	0.8	1.401	1.3
060301	1.556	0.6	1.498	1.5
060401	1.781	0.4	1.778	1.6
060501	1.985	0.8	1.822	1.3
060701	1.663	0.5	1.588	1.1
060801	1.778	0.3	1.781	1.3
060901	2.012	0.6	1.985	1.2

3 讨论

供试品处理采用超声和回流提取两种方法,结果超声提取效率较回流提取低,超声提取处理 $60\,\text{min}$ 所得的丹皮酚质量分数为 $0.781\,\text{mg}/\text{粒}$,回流提取 $30\,\text{min}$ 所得的丹皮酚质量分数为 $1.331\,\text{mg}/\text{粒}$, $45\,\text{min}$ 所得的丹皮酚质量分数为 $1.332\,\text{mg}/\text{粒}$,因此选择回流提取 $30\,\text{min}$ 。

色谱柱选择了 Lichrspher5-C₁₈ ($150\,\text{mm}\times 4.6\,\text{mm},5\,\mu\text{m}$) 色谱柱、Hypersil ODS ($250\,\text{mm}\times 4.0\,\text{mm},5\,\mu\text{m}$) 色谱柱和 Diamonsil HPLC C₁₈ ($250\,\text{mm}\times 4.6\,\text{mm},5\,\mu\text{m}$) 色谱柱;流动相选择了甲醇-水 ($45:55$)、甲醇-水 ($60:40$) 和乙晴-水 ($50:50$);结果以流动相甲醇-水 ($60:40$) 与上述 3 种色谱柱均能达到很好的分离。

参考文献:

- [1] 赵良才,李庆林.丹皮酚的心血管系统药理研究进展 [J].安徽医药, 2005, 9(10): 725-726.
- [2] 湛文青,李 华. HPLC 法测定徐长卿中丹皮酚的含量 [J]. 中药材, 2004, 27(2): 104.
- [3] 李 健,陈 妍,徐金波.液相色谱法测定养阴清肺颗粒中丹皮酚的含量 [J]. 天津中医药, 2004, 21(1): 72-73.