

碱^[6],而蹄叶橐吾 *L. fisheri* (Ledeb.) Turcz. 的生物碱含量低,较难检视

从结果可以看出,不同来源的蜜紫菀中紫菀酮的含量有一定的区别,9种蜜紫菀中以上海、南京、青岛、敦煌含紫菀酮的量较高,北京、济南、厦门稍差,河南、新疆较差,这可能和炮制工艺不同有关,因此对蜜制紫菀的炮制工艺进行规范化研究十分必要

参考文献:

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2005.
- [2] 卢艳花,戴岳,王峥涛,等. 紫菀法痰镇咳作用及其有效部位和有效成分 [J]. 中草药, 1999, 30(5): 360-362.
- [3] 吴骏,王国艳,袁桂新,等. HPLC法测定紫菀中紫菀酮的含量 [J]. 中国中药杂志, 2003, 28(8): 738-740.
- [4] 周军辉,伍蔚萍,谢子民,等. 紫菀药材的高效液相色谱指纹图谱与定量分析 [J]. 中药材, 2004, 27(8): 562-565.
- [5] 赵显国,李志猛,张勉,等. 中药山紫菀类研究: I. 山紫菀类药材药源调查及原植物鉴定 [J]. 中草药, 1998, 29(2): 115-119.
- [6] 赵显国,王峥涛,林鸽,等. 山紫菀类药材的原植物及其毒性考证 [J]. 中国中药杂志, 1998, 23(3): 131-133, 153.

RP-HPLC法测定复方柳菊片中蒙花苷^①

付辉政¹,万凯化²,刘兰祥^{*}

(1. 江西中医学院,江西 南昌 330006; 2. 江西省食品药品检验所,江西 南昌 330046)

复方柳菊片由旱柳叶、野菊花、白花蛇舌草 3味药组成,具有清热解毒之功效,用于肺结核病。该药收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 15册,但是质量标准中只有野菊花和熊果酸的薄层色谱法,但无定量测定。因此,本实验以野菊花的有效成分蒙花苷为指标,采用 HPLC法测定复方柳菊片中的蒙花苷。经方法学考察及阴性对照实验表明方法专属性强,处方中其他成分对蒙花苷的测定无干扰,且方法简便、快速、准确、重现性好。

1 仪器与试剂

Agilent 1100高效液相色谱仪,包括 VWD 检测器,自动进样器,Agilent 1100化学工作站(美国安捷伦科技有限公司); Sartorius 电子天平; KQ3200 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)

甲醇为色谱纯;水为二次蒸馏水,其他试剂均为分析纯。蒙花苷对照品批号 111528-200504,购于中国药品生物制品检定所;复方柳菊片和缺菊花的阴性对照样品由江西国药有限责任公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Diamonsil C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-4%冰醋酸液 (49:51); 体积流量: 1.0 mL/min; 理论板数以蒙花苷计算不得低于 3 000。在以上色谱条件下,复方柳菊片中蒙花苷与其他组分的色谱峰分离度良好。见图 1。

2.2 供试品溶液的制备: 取质量差异项下的本品,除去薄膜衣,研细,取约 0.2 g,精密称定,置 50 mL

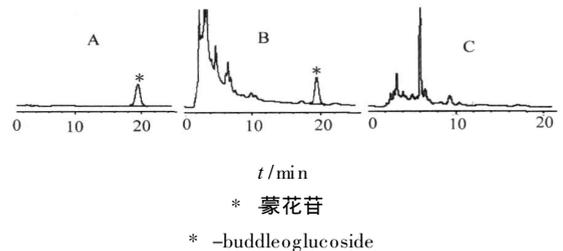


图 1 蒙花苷对照品 (A)、复方柳菊片 (B) 和阴性样品 (C) 的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of buddleoglucoside reference substance (A), Compound Liuju Tablets (B), and negative sample (C)

量瓶中,加甲醇 45 mL,超声处理(功率 250 W 频率 25 kHz) 30 min,放冷,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.3 阴性对照溶液的制备: 按照供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。

2.4 对照品溶液的制备: 精密称取蒙花苷对照品 11.68 mg,置 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 2 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

2.5 线性关系考察: 精密吸取上述对照品溶液 2 10 16 20 24 μL,注入液相色谱仪,测定峰面积值。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,得回归方程为 $Y = 1.849.1X + 5.6578$, $r = 0.9997$,表明蒙花苷在 0.046 72~0.560 64 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验: 精密吸取供试品溶液(批号

① 收稿日期: 2007-05-08
作者简介: 付辉政 (1978-),男,江西安福人,中药师,江西中医学院在读硕士研究生,研究方向为天然药物活性成分研究。
E-mail: fhzhz62@sohu.com

0211167),重复进样 6次,结果蒙花苷峰面积的 RSD为 0.3%。

2.7 稳定性试验:取同一供试品溶液(批号 0211167),于配制后的 0 1 2 3 4 5 6 12 h分别进样 20 μ L测定,结果表明供试品溶液在 12 h内稳定,蒙花苷峰面积的 RSD为 0.9%。

2.8 重现性试验:取同一批样品(批号 0211167)5份,制备供试品溶液,测定每份样品中蒙花苷的量,结果蒙花苷的平均质量分数为 5.768 mg/g, RSD为 0.4%。

2.9 加样回收率试验:取批号 0211167样品 6份,每份 0.1 g,精密称定,分别精密添加 0.1168 mg/mL蒙花苷对照品溶液 5 mL,制备供试品溶液,分别进样 20 μ L,结果平均回收率为 100.6%, RSD为 1.0%。

2.10 样品测定:取批号不同的样品 3批,制备供试品溶液。精密吸取蒙花苷对照品溶液与供试品溶液各 20 μ L,分别注入色谱仪,测定,计算蒙花苷的质量分数,测定结果见表 1

3 讨论

以往的研究中,一般把绿原酸作为野菊花的指标成分,但是由于绿原酸不稳定,见光易分解,故参照《中国药典》2005年版一部野菊花项下内容,将蒙

表 1 复方柳菊片中蒙花苷的测定结果($n=3$)

Table 1 Determination of buddleoglucoside in Compound Liuju Tablets ($n=3$)

批号	蒙花苷/(mg \cdot g $^{-1}$)	RSD/%
0211167	5.768	0.4
0309118	5.902	0.2
0312150	5.857	0.7

花苷作为野菊花指标成分。

以甲醇为溶剂,分别考察了超声提取和加热回流提取,结果超声和加热回流提取效果相当,考虑到节约成本,故选择超声提取

提取时间的考察:精密称取同一批样品 3份,各 0.2 g,精密称定,分别超声(功率为 250 W,频率为 25 kHz)处理 20 30 40 min,结果表明超声处理 30 min后,蒙花苷的量基本不再增加,故确定超声时间为 30 min

提取溶剂的选择:精密称取同一批样品 3份,分别用甲醇 50% 甲醇 乙醇 3种溶剂进行考察,采用超声提取方法进行提取,结果采用乙醇为溶剂所得的蒙花苷峰形发生变形,采用甲醇和 50% 甲醇为溶剂的提取率相当,但采用 50% 甲醇为提取溶剂的供试品颜色很深,且杂质多,不利于色谱柱,故确定甲醇为最佳提取溶剂

Kedde比色法测定复方雷公藤片中总内酯^①

陈银芳^{1,2},徐群志³,魏惠珍¹,张红红¹,金浩鑫¹,饶毅^{1,2}

(1. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心,江西 南昌 330006 2. 江西中医学院,江西 南昌 330006

3. 南昌市食品药品监督管理局,江西 南昌 330038)

复方雷公藤片是由雷公藤提取物和高甲醚加入适宜的辅料制成的制剂,临床上主要用于治疗类风湿性关节炎等自身免疫性疾病。其主要药效成分为环氧二萜内酯类、三萜内酯类等总内酯成分^[1]。该内酯成分大多含有 α,β -不饱和内酯环结构,而 Kedde反应常用于含有这一结构物质的定性鉴别。其反应原理是在碱性溶液中,内酯环上的不饱和双键转位能形成活性次甲基,形成的次甲基非常活泼,可以和 3,5-二硝基苯甲酸等试剂进行缩和反应,氧化生成具有醌式结构的物质而呈紫红色,并在可见光区有

特征吸收峰^[2]。因此本实验应用 Kedde显色反应,对复方雷公藤片中含有 α,β -不饱和内酯环的雷公藤总内酯进行定量分析,建立了复方雷公藤片中总内酯的测定方法

1 仪器与试剂

Shimadzu UV-2550分光光度计,UV-Probe工作站;岛津 AB-104N 十万分之一分析天平;KQ-250DB型数控超声清洗器

3,5-二硝基苯甲酸为化学纯,其他试剂均为分析纯,雷公藤甲素对照品(批号 111567-200201)由

① 收稿日期:2007-09-23

基金项目:江西省科技攻关计划项目(赣科发计字[2004]65号)

作者简介:陈银芳(1984-),女,江西万载人,研究生,主要从事中药质量控制研究工作。Tel (0791)7119625

E-mail: chenyingfang_1984@126.com

* 通讯作者 饶毅 Tel (0791)7119609 E-mail: raoyi99@126.com