

率作为评价指标进行综合评分。在用乙醇提取桂枝和牡丹皮时,选择桂皮醛和丹皮酚的量作为控制指标,水提取另外3味药材时,选择芍药苷和苦杏仁苷作为控制指标。采用HPLC法同时可以检测出处方中成分的量。在数理统计时给每一个指标权重均为0.5,用权重影响该指标在方案得分中所占的分值。

若以桂皮醛或芍药苷等单一成分的量作为指标对提取工艺条件进行优选,得到的结果常常不完全一致,有时甚至是矛盾的。用多指标经综合平衡所得的工艺条件能根据实际需要并兼顾到各指标的理化性

质,是中药复方研究中应提倡的方法。这种方法,较控制处方中某味药材某种单一成分的量,更为科学合理。

参考文献:

- [1] 华剑,武超. HPLC法测定桂枝茯苓胶囊中肉桂酸、桂皮醛和丹皮酚的含量[J]. 安徽医药, 2006, 10(11): 30-31.
- [2] 刘彩霞,陈婧,朱晓薇,等. 不同形态桂枝饮片中桂皮醛和桂皮酸含量的考察[J]. 中药材, 2006, 29(10): 1031-1032.
- [3] 王友兰,李红兵,华玉琴. HPLC法测定桃仁中苦杏仁苷的含量[J]. 中国药师, 2002, 5(9): 555-556.
- [4] 萧伟,彭国平. HPLC法测定醒脑通络粉中苦杏仁苷与芍药苷的含量[J]. 南京中医药大学学报, 2003, 19(2): 102-103.

地榆药材及地榆升白胶囊中没食子酸的HPLC法测定

江帆¹, 安崇惠¹, 朱亭藩¹, 杨世林²

(1. 贵州益佰制药股份有限公司, 贵州 贵阳 550008; 2. 中药固体制剂国家工程技术研究中心, 江西中医学院, 江西 南昌 330000)

摘要:目的 建立地榆药材及其制剂地榆升白胶囊中没食子酸的测定方法。方法 采用高效液相色谱法。色谱条件: Hypersil ODS2 色谱柱, 流动相为甲醇-乙腈-0.05 mol/L 磷酸(5:6:89); 检测波长: 270 nm。结果 没食子酸在0.042 4~0.424 μ g 时线性关系良好, 回归方程为 $A=5\,403\,987.270\,6\,X-27\,334.978\,1$, $r=0.999\,8$, 药材及其制剂的平均回收率分别为98.64%(RSD为1.44%, $n=5$)和98.57%(RSD为1.56%, $n=5$)。结论 该法操作简便, 重现性好, 能有效控制质量, 可作为地榆药材内控标准和地榆升白胶囊的测定方法。

关键词: 地榆; 地榆升白胶囊; 没食子酸; 高效液相色谱

中图分类号: R286.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 0253-2670(2008)09-1341-03

地榆升白胶囊为收载于《国家中成药标准汇编》口腔肿瘤儿科分册的地榆升白片的剂改品种, 具有升高白细胞的功效, 临床上用于白细胞减少症^[1,2]。本品为单方制剂, 方中药材地榆为《中国药典》2005年版一部收录品种, 其质量标准较为简单, 定量项下仅有鞣质的测定。地榆中除含有较多鞣质外, 还含有游离的没食子酸和鞣花酸等^[3]。为了更好控制产品质量, 提高定量测定方法的特异性, 本实验选用地榆药材中没食子酸为定量指标, 对样品前处理和色谱条件等^[4,5]进行了优化, 分别建立了地榆药材和地榆升白胶囊的测定方法, 进一步提高药材质量控制水平, 达到更有效控制制剂质量的目的。

1 仪器与试剂

Waters1525 高效液相色谱仪, 487 紫外检测器; 恒温柱箱; Breeze 工作站数据处理系统; 25 μ L 微量进样器(Hamilton 公司)。

没食子酸对照品(批号: 110831-200302, 中国药品生物制品检定所), 甲醇、乙腈为色谱纯试剂。地榆药材购于贵州省药材公司, 经贵阳中医学院生药系江维克副教授鉴定, 地榆升白胶囊由本公司提供。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 对照品溶液的制备: 精密称取没食子酸对照品10.6 mg, 置10 mL 量瓶中, 加50%甲醇至刻度, 摇匀。精密量取1 mL 置50 mL 量瓶中, 加50%甲醇至刻度, 制成21.2 μ g/mL 的溶液, 即得。

2.1.2 药材供试品溶液的制备: 取本品细粉约0.1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入50%甲醇2.5 mL, 称定质量, 加热回流1 h 后, 放冷, 再称定质量, 用50%甲醇补足减失质量, 摇匀, 0.45 μ m 滤膜滤过, 即得。

2.1.3 制剂供试品溶液的制备: 取地榆升白胶囊内

收稿日期: 2008-02-25

作者简介: 江帆(1963-), 女, 贵州都匀人, 副主任药师, 硕士, 1984年毕业于华西医科大学药学院, 2001年获中国药科大学硕士学位, 先后就职于贵州省药品检验所、珠海丽珠集团科研管理部, 现为贵州益佰药物研究所所长、贵阳医学院院外硕士生导师, 主要从事药物质量及新药开发研究。Tel: (0851) 4705590-8158 E-mail: dyjiangfan@126.com

容器适量(相当于药材细粉 0.1 g),精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50%甲醇 25 mL,同 2.1.2 操作,备用。

2.2 色谱条件:色谱柱为大连伊利特 Hypersil ODS2(200 mm×5.0 mm, 5 μm);流动相:甲醇-乙腈-0.05 mol/L 磷酸(5:6:89);检测波长:270 nm;进样量:10 μL。理论塔板数以没食子酸峰计不低于 2 000。

2.3 系统适用性试验:取对照品溶液和供试品溶液,进样测定,记录色谱,见图 1。可见在本试验条件下,没食子酸对照品的出峰时间为 7.0 min,药材及制剂图谱中没食子酸峰与相近的其他成分峰分离度大于 1.5,分离完全。

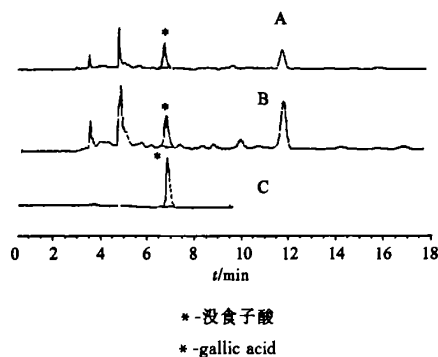


图1 地榆药材(A)、地榆升白胶囊(B)和没食子酸对照品溶液(C)的HPLC图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of *Radix Sanguisorbae* (A), *Diyu Shengbai Capsula* (B), and gallic acid reference substance (C)

2.4 线性关系考察:分别精密吸取没食子酸对照溶液各 2、4、8、12、16、20 μL 注入液相色谱仪,测定峰面积,记录色谱图。以峰面积对质量进行线性回归计算,平行测定 2 份,得线性方程为 $A = 5403987.2706X - 27334.9781$, $r = 0.9998$ 。结果表明没食子酸在 0.0424~0.424 μg 时线性关系良好。将供试品溶液进样分析,所得峰面积分别用以上回归方程和以该组数据拟合成过原点的曲线方程 $A = 5313555.2378X$, $r = 0.9997$ 进行计算,结果两者的相对偏差为 0.05%,故采用一点法计算。

2.5 精密度试验:精密吸取 21.2 mg/mL 没食子酸对照品溶液 10 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图,重复进样 5 次,计算平均峰面积,结果其 RSD 为 0.89%。

2.6 重现性试验:取同批地榆药材和同批地榆升白胶囊样品各 5 份,制备供试品溶液,进样测定,计算没食子酸的质量分数,结果地榆中没食子酸平均质

量分数为 5.1526 mg/g, RSD 为 1.44%;地榆升白胶囊中没食子酸平均质量分数 50.6 μg/粒, RSD 为 1.70%。

2.7 稳定性试验:取地榆药材和地榆升白胶囊样品各 1 份,制备供试品溶液,分别于 0、2、4、6、8 h 测定没食子酸峰面积,结果地榆药材中没食子酸峰面积 RSD 为 2.00%,地榆升白胶囊中没食子酸峰面积 RSD 为 1.39%。表明供试品溶液中没食子酸在 8 h 内稳定。

2.8 回收率试验:采用等量加样回收法。取含没食子酸 5.1526 mg/g 地榆药材细粉约 500 mg, 5 份,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 9.90 μg/mL 没食子酸对照品溶液 25 mL,制备供试品溶液,进样测定,计算,结果平均回收率为 98.64%, RSD 为 1.44%。

取含没食子酸 50.6 μg/粒地榆升白胶囊内容物约 50 mg,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 9.90 μg/mL 没食子酸对照品溶液 25 mL,制备供试品溶液,进样测定,计算,结果平均回收率为 98.57%, RSD 为 1.56%。

2.9 样品测定:对所收集到的 10 批地榆药材进行测定,结果见表 1。根据 10 批药材实测结果,规定中间值 5.95 mg/g 的 80%为限度,故暂定本品含没食子酸不得少于 4.80 mg/g。

表1 地榆药材中没食子酸的测定结果

Table 1 Determination of gallic acid in *Radix Sanguisorbae*

批号	没食子酸/(mg·g ⁻¹)	批号	没食子酸/(mg·g ⁻¹)
200501	5.38	200506	5.60
200502	7.05	200507	6.60
200503	6.54	200508	5.89
200504	5.08	200509	5.56
200505	6.12	200510	5.64

对 10 批地榆升白胶囊样品进行测定,结果见表 2。根据本品处方及原剂型标准,每粒含地榆药材量应为 10 mg,限度折算得本品的限度应为 48 μg/粒,故暂定本品每粒含地榆以没食子酸计不得少于 48 μg。

3 讨论

由于本品仅含一味药材,且为原粉入药,预试验发现制剂赋形剂不影响测定,故在测定方法上考虑采用基本相同的操作步骤,使得药材和制剂的控制更加简便、快捷和可靠。参考相关报道^[4,5]和预试验结果,对样品前处理条件进行筛选:取药材细粉约

表 2 地榆升白胶囊中没食子酸的测定结果

Table 2 Determination of gallic acid
in Diyu Shengbai Capsula

批号	没食子酸/($\mu\text{g} \cdot \text{粒}^{-1}$)	批号	没食子酸/($\mu\text{g} \cdot \text{粒}^{-1}$)
050701	53.8	050803	56.4
050702	67.5	050804	56.0
050703	65.4	050901	57.8
050801	65.5	050902	52.0
050802	63.2	050903	59.4

0.1 g, 以 50% 甲醇为提取溶剂, 在此基础上分别对甲醇的用量(15、25、50 mL)和回流时间(30、45、60、

80 min)进行了考察, 结果以 25 mL 50% 甲醇回流提取 60 min 为最佳。

参考文献:

- [1] 陈志明, 丘希辉, 杨钰贤, 等. 地榆升白片预防 NP 方案化疗患者白细胞减少症 [J]. 肿瘤防治研究, 2006, 33(7): 527—528.
- [2] 阴 亮, 亢晓冬. 地榆升白片治疗化疗病人白细胞减少症 110 例疗效观察 [J]. 西部医学, 2006, 18(4): 430—431.
- [3] 苗明三, 李振国. 现代实用中药质量控制技术 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 2000.
- [4] 王 征, 卢向阳, 曹 庸, 等. HPLC 法同时测定没食子酸与没食子酸烷基酯的含量 [J]. 科学技术与工程, 2005, 11(5): 729—732.
- [5] 朱俊彦, 熊龙花. HPLC 法测定盐肤木中没食子酸的含量 [J]. 江西中医学院学报, 2006, 18(6): 27.

HPLC 法测定白术不同炮制品中白术内酯 I、II、III

段 启^{1,2}, 许冬谨², 谢 晨²

(1. 广东食品药品职业学院, 广东 广州 510520; 2. 广东康美药业股份有限公司, 广东 普宁 515300)

摘 要:目的 建立测定白术不同炮制品中白术内酯的测定方法。方法 采用外标法。Dikma Kromasil C₁₈(250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱; 以乙腈(A)-水(B)为流动相梯度洗脱; 体积流量为 1.0 mL/min; 柱温为 25 $^{\circ}\text{C}$; 检测波长为 220 nm(白术内酯 I、II)、276 nm(白术内酯 III); 进样量 10 μL 。结果 白术内酯 I、II、III 分别在 1.14~114、0.776~77.6、3.21~321 $\mu\text{g/mL}$ 与峰面积呈良好的线性关系。白术生片、炒白术、麸炒白术、土炒白术中白术内酯 I、II、III 的总量分别是 1.326 1、1.591 0、1.534 8、1.738 0 mg/g。结论 不同炮制方法、辅料对白术各炮制品中白术内酯 I、II、III 有一定影响。

关键词:白术; 炮制; 白术内酯 I; 白术内酯 II; 白术内酯 III; 高效液相色谱

中图分类号:R286.02 **文献标识码:**A **文章编号:**0253-2670(2008)09-1343-03

白术为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根, 主产于浙江、安徽、湖北、湖南等省。味甘、苦, 性温, 具有健脾益气, 燥湿利水, 止汗, 安胎的功效^[1]。主要含有挥发油和内酯类成分。其中内酯类成分具有抗炎、抗肿瘤作用^[2,3], 还具有调节胃肠道功能和促进营养物质吸引的功能, 尤以白术内酯 I 作用明显。白术的炮制品种文献考证有白术、炒白术、麸炒白术、土炒白术、泔制白术、米白术、盐白术、蒸白术和白术炭等。临床常生用以健脾燥湿、利水消肿为主, 炒白术缓和燥性、增强焦香健脾益气功能, 麸炒白术增强健脾消食作用, 土炒则多用于补脾止泻^[2]。《中国药典》2005 年版一部收载有麸炒白术和土炒白术两种规格的炮制品。为有效控制白术质量, 本实验采用 HPLC 法测定了白术不同炮制品中的白术内酯 I、II、III, 为更好地控制白术饮片质量提供依据。

1 仪器与试剂

美国 Agilent 1100 高效液相色谱仪, 二级阵列检测器, 1100 色谱工作站。

白术内酯 I、II、III 对照品购自中国药品生物制品检定所, 批号分别为 1396-060123、1397-060123、1398-060123; 乙腈和甲醇均为色谱纯, 水为纯化水。白术药材购于浙江缙云, 经江西中医学院鉴定教研室鉴定为菊科植物白术 *A. macrocephala* Koidz. 的干燥根。

2 方法与结果

2.1 白术炮制品的制备^[3]

2.1.1 白术生品: 取 2 kg 白术生品, 除去杂质, 用水洗净, 润透, 切厚片, 干燥, 筛去碎屑, 粉碎, 过 50 目筛, 称定质量, 如法平行取样 3 份, 得率分别为 89%、90%、88.5%。

2.1.2 土炒白术: 取 200 g 白术生饮片、黄土 25 g,

收稿日期: 2007-11-23

作者简介: 段 启(1969—), 男, 副主任中药师, 硕士, 主要从事中药质量标准研究。

Tel: (020)28854960 E-mail: duanq2005@163.com

地榆药材及地榆升白胶囊中没食子酸的HPLC法测定

作者: [江帆](#), [安崇惠](#), [朱亭潘](#), [杨世林](#)
作者单位: [江帆, 安崇惠, 朱亭潘\(贵州益佰制药股份有限公司, 贵州, 贵阳, 550008\)](#), [杨世林\(中药固体制剂国家工程技术研究中心, 江西中医学院, 江西, 南昌, 330000\)](#)
刊名: [中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2008, 39(9)
被引用次数: 2次

参考文献(5条)

1. 陈志明; 丘希辉; 杨钰贤 [地榆升白片预防NP方案化疗患者白细胞减少症](#) [期刊论文] - [肿瘤防治研究](#) 2006(07)
2. 阴亮; 亢晓冬 [地榆升白片治疗化疗病人白细胞减少症110例疗效观察](#) [期刊论文] - [西部医学](#) 2006(04)
3. 苗明三; 李振国 [现代实用中药质量控制技术](#) 2000
4. 王征; 卢向阳; 曹庸 [HPL, c法同时测定没食子酸与没食子酸烷基酯的含量](#) [期刊论文] - [科学技术与工程](#) 2005(11)
5. 朱俊彦; 熊龙花 [HPLC法测定盐肤木中没食子酸的含量](#) [期刊论文] - [江西中医学院学报](#) 2006(06)

本文读者也读过(10条)

1. [李彩东](#), [吴斌](#), [张伟](#), [师彦平](#), [LI Cai-dong](#), [WU Bing](#), [ZHANG Wei](#), [SHI Yan-ping](#) [高效液相色谱法测定苦味叶下珠胶囊中没食子酸的含量](#) [期刊论文] - [中国现代应用药学](#) 2007, 24(6)
2. [薛培凤](#), [孙正丽](#), [李占军](#), [布仁](#), [陈玉荣](#), [张金花](#) [蒙药河柏中没食子酸的HPLC含量测定](#) [期刊论文] - [中药材](#) 2008, 31(2)
3. [王克英](#), [胡奇志](#), [王宇奇](#) [对中药炮制品石榴皮炭中没食子酸含量的研究](#) [期刊论文] - [贵阳中医学院学报](#) 2010, 32(6)
4. [侯小涛](#), [戴航](#), [周丽霞](#) [RP-HPLC测定4个品种芒果叶中的没食子酸](#) [期刊论文] - [华西药学杂志](#) 2008, 23(1)
5. [贺光东](#), [于海平](#), [姬志强](#), [康文艺](#), [HE Guang-dong](#), [YU Hai-ping](#), [JI Zhi-qiang](#), [KANG Wen-yi](#) [HPLC法测定帽蕊木茎皮中儿茶素的质量分数](#) [期刊论文] - [精细化工](#) 2008, 25(12)
6. [徐曼](#), [陈筵鸿](#), [汪咏梅](#), [吴冬梅](#), [吴在嵩](#), [张亮亮](#), [XU Man](#), [CHEN Jia-hong](#), [WANG Yong-mei](#), [WU Dong-mei](#), [WU Zai-song](#), [ZHANG Liang-liang](#) [没食子酸十二烷基酯含量的测定方法](#) [期刊论文] - [生物质化学工程](#) 2011, 45(1)
7. [郭涛](#), [刘倩](#), [张瑱](#), [舒宗美](#) [爽喉片中儿茶素的含量测定](#) [期刊论文] - [中药材](#) 2005, 28(12)
8. [许良](#), [谭晓杰](#), [李清](#), [周宏](#), [毕开顺](#), [XU Liang](#), [TAN Xiao-jie](#), [LI Qing](#), [ZHOU Hong](#), [BI Kai-shun](#) [RP-HPLC法测定蒙药森登-4汤中栀子苷、槲皮素和没食子酸的含量](#) [期刊论文] - [沈阳药科大学学报](#) 2007, 24(3)
9. [程文君](#), [张艳萍](#), [周倩怡](#) [高效液相色谱法测定茶黄酞中儿茶素的含量](#) [会议论文] - 2008
10. [魏春芬](#), [陈金泉](#), [李强](#), [Wei Chunfen](#), [Chen Jinquan](#), [Li Qiang](#) [HPLC法测定腹痛水中的儿茶素和表儿茶素的含量](#) [期刊论文] - [中国药事](#) 2007, 21(7)

引证文献(2条)

1. [毛长智](#), [张赞赞](#), [甘露](#) [HPLC法测定消痔软膏中没食子酸的含量](#) [期刊论文] - [中医药导报](#) 2010(9)
2. [戴颖](#), [江宝红](#), [黄一平](#) [反相高效液相色谱法测定榆黄酞剂中大黄素、大黄酚的含量](#) [期刊论文] - [亚太传统医药](#) 2012(9)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200809021.aspx