

1-五味子醇甲

1-schizandrol A

图 1 五味子醇甲对照品(A)、生脉注射液(B)、注射用生脉(C)、生脉注射液阴性样品(D)及注射用生脉阴性样品(E)的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of schizandrol A reference substance (A), Shengmai Injection (B), Shengmai Powder for Injection (C), blank sample of Shengmai Injection (D), and blank sample of Shengmai Powder for Injection (E)

样。结果表明,供试品溶液在 12 h 内稳定性良好,五味子醇甲峰面积的 RSD 分别为 1.3%、1.5%。

2.9 回收率试验:分别取批号 041204 生脉注射液和批号 051002 注射用生脉各 9 份,分别精密加入适量五味子醇甲对照品溶液,制备供试品溶液,在上述色谱条件下进行 HPLC 分析,测定五味子醇甲,计算回收率。结果生脉注射液和注射用生脉中五味子醇甲的平均回收率分别为 98.9%、98.2%,RSD 分别为 0.79%、1.1%。

2.10 样品测定:分别取生脉注射液和注射用生脉样品 3 批,制备供试品溶液,在上述色谱条件下进样分析,按外标法测定并计算,结果见表 1。

### 3 讨论

取五味子醇甲对照品溶液在紫外分光光度计上扫描,测得最大吸收波长为 218 nm,并与文献报道<sup>[1]</sup>的检测波长(254 nm)进行了比较,结果以 218 nm 作为检测波长,方法灵敏度提高 3 倍。

表 1 生脉注射液和注射用生脉中五味子醇甲的测定结果(n=3)

Table 1 Determination of schizandrol A in Shengmai Injection and Shengmai Powder for Injection (n=3)

制剂	批号	五味子醇甲/(mg·支 <sup>-1</sup> )	RSD/%
生脉注射液	041202	0.183	1.3
	041204	0.177	1.2
	041205	0.179	0.8
注射用生脉	051002	0.161	0.7
	051004	0.165	0.9
	051011	0.162	1.2

通过对 5 批市售五味子药材的测定,表明本方法同样适用于五味子药材中五味子醇甲的测定,方法简便、准确。

#### 参考文献:

[1] 石雪萍,蒋婉娟. HPLC 测定生脉注射液中五味子醇甲的含量[J]. 中成药,2000,22(8):580

## RP-HPLC 法测定芎菊上清丸中黄芩苷

冯波,施春玲\*,郝乘仪,郭淑英

(吉林医药学院药学院,吉林 吉林 132013)

摘要:目的 建立芎菊上清丸中黄芩苷的测定方法,以控制该制剂的质量。方法 采用 HPLC 法测定芎菊上清丸中黄芩苷的量。SHIM-PACK VP-ODS 色谱柱(150 mm ×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-水-冰乙酸(40:60:1);体积流量:1.0 mL/min;柱温:30℃;检测波长:280 nm。结果 黄芩苷在 3.04~30.4 μg/mL 线性关系良好,平均回收率为 99.6%,RSD 为 1.86%。结论 本方法简便、快速、准确,可为芎菊上清丸质量提供依据。

关键词:芎菊上清丸;黄芩苷;高效液相色谱

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2009)05-0743-03

\* 收稿日期:2008-12-03

作者简介:冯波(1966—),男,辽宁本溪人,副教授,硕士生导师,1989年毕业于第二军医大学药学院,2000年获沈阳药科大学药剂专业硕士学位,主要从事天然药物中活性物质的研究。Tel:(0432)4560529 E-mail:fengbo2@sina.com

\* 吉林医药学院 2008 届药学本科毕业生

芎菊上清丸为《中国药典》2005 年版一部收载中药制剂,由黄芩、川芎、菊花、栀子等 15 味中药组成,具有清热解表、散风止痛的作用,用于外感风邪引起的恶风身热、偏正头痛、鼻流清涕、牙疼喉痛。该药虽已生产多年,但迄今对其内在质量控制标准仍不完善,《中国药典》采用薄层荧光扫描法测定芎菊上清丸中盐酸小檗碱,操作较烦,且测定误差较大。处方中黄芩具有清热燥湿、泻火解毒的功效,其主要含有黄芩苷、黄芩苷元、汉黄芩苷等成分。为了更好地控制产品的内在质量,本实验建立了 HPLC 法测定芎菊上清丸中黄芩苷的方法,为完善该制剂质量标准提供了依据。

## 1 仪器与试剂

岛津 LC-20AT 高效液相色谱仪,岛津 SPD-20A 紫外检测器,LC-solution 工作站;黄芩苷对照品(中国药品生物制品检验所,批号 110715-200514);甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯。芎菊上清丸(水丸)由河北世济唐威药业有限公司提供。

## 2 方法与结果

2.1 检测波长的选择:取黄芩苷对照品的甲醇溶液,在 200~500 nm 波长进行扫描测定,结果在 280 nm 波长处有最大吸收,故测定波长选定为 280 nm。

2.2 色谱条件:SHIM-PACK VP-ODS 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-水-冰乙酸(40:60:1);体积流量:1.0 mL/min;柱温:30℃;检测波长:280 nm。

2.3 对照品溶液制备:精密称取 60℃ 减压干燥 4 h 的黄芩苷对照品 3.04 mg,置 50 mL 量瓶中,加 50% 甲醇溶解,并稀释至刻度。再精密量取 5 mL 置 10 mL 量瓶中,用 50% 甲醇稀释至刻度,即得。

2.4 供试品溶液的制备:取本品,研细,精密称取 7.5 g,置具塞锥形瓶中,精密加入 50% 甲醇 50 mL,密塞,称定质量,超声处理 40 min,取出,放冷,再称定质量,用 50% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过。精密量取续滤液 2 mL,置 10 mL 量瓶中,加 50% 甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.5 阴性对照溶液的制备:按本品处方、制法制备缺少黄芩的模拟样品,按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

2.6 专属性试验:取黄芩苷对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 10 μL,分别注入液相色谱仪,进行测定。结果供试品溶液和对照品溶液在相应保留时间位置上出现相似峰,保留时间为 17.9 min,

而阴性对照溶液无明显其他峰出现,理论板数以黄芩苷峰计算为 3 500, HPLC 图谱见图 1。

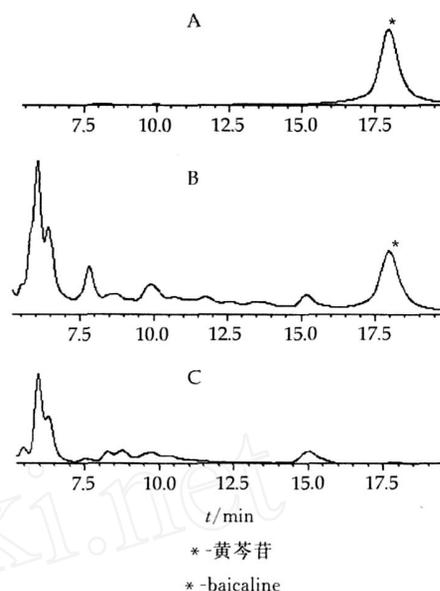


图 1 黄芩苷对照品(A)、芎菊上清丸(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of baicaline reference substance (A), Xiongju Shangqing Pills (B), and negative sample (C)

2.7 标准曲线的制备:精密称取黄芩苷对照品 3.04 mg,置 50 mL 量瓶中,加 50% 甲醇溶解,并稀释至刻度。再精密量取对照品溶液 0.5、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 分别置 10 mL 量瓶中,用 50% 甲醇稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取 10 μL,注入液相色谱仪,记录色谱峰面积。以黄芩苷对照品的质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,制备标准曲线,得回归方程为  $Y = 1.28 \times 10^6 X - 9503.3$ ,  $r = 0.9999$ 。结果表明,黄芩苷在 3.04~30.4 μg/mL 与峰面积呈良好的线性关系。

2.8 精密度试验:取 30.4 μg/mL 黄芩苷对照品溶液,连续进样 6 次,每次 10 μL,测定峰面积,计算得其 RSD 为 0.78%。

2.9 稳定性试验:精密吸取同一供试品溶液,分别于 0、4、8、12、24 h 测定黄芩苷峰面积,结果 RSD 为 1.35%,表明供试品溶液在制备 24 h 后基本稳定。

2.10 重现性试验:取同一批样品,平行制备 6 份供试品溶液,分别进行测定,计算得黄芩苷的平均质量分数为 2.0 mg/g, RSD 为 1.58%。

2.11 回收率试验:取批号为 20080318 的样品 0.1 g,共 6 份,精密称定,置具塞锥形瓶中,分别精密加入 3 mL 60.8 μg/mL 黄芩苷对照品溶液,制备供试品溶液,进行测定,计算得平均回收率为 99.6%,

RSD 为 1.86 %。

2.12 样品测定:取 3 批样品,制备供试品溶液。分别精密吸取黄芩苷对照品溶液和供试品溶液各 10  $\mu$ L,注入液相色谱仪,采用外标法计算黄芩苷的质量分数,结果见表 1。

表 1 芎菊上清丸中黄芩苷的测定结果 (n=3)

Table 1 Determination of baicaline in Xiongju Shangqing Pills (n=3)

批号	黄芩苷/(mg·g <sup>-1</sup> )
20070912	2.12
20080125	1.95
20080318	2.04

### 3 讨论

采用 HPLC 法测定黄芩苷的文献报道有多种流动相<sup>[1,2]</sup>,但对该样品的分离效果均欠佳。黄芩苷属于黄酮类化合物,分子结构中含有多个酚羟基,

显一定的酸性,故本实验采用了 RP-HPLC 法,在流动相中加入少量磷酸、冰乙酸,抑制其离解并改善峰形。同时分别考察了甲醇-水-冰乙酸(40:60:1)、甲醇-水-冰乙酸(48:60:1)、甲醇-水-磷酸(47:53:0.2)流动相体系,结果显示流动相为甲醇-水-冰乙酸(40:60:1)时,色谱峰峰形较好,分离度、理论塔板数、拖尾因子等系统适应性均符合要求。

黄芩苷的提取方法主要有:煎煮法、超声提取法、加热回流法、索氏提取法等。实验考察了超声提取法、加热回流法,结果表明超声提取法的提取效果优于加热回流法。

参考文献:

- [1] 王厚伟,高德民,田景振. 高效液相色谱法测定复方黄芩消炎片中黄芩苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2007,13(4): 13-15.
- [2] 宋英姬. HPLC 法测定消炎片中黄芩苷[J]. 中草药,2007,38(12):1829-1830.

## 干红葡萄酒中儿茶素、表儿茶素、白藜芦醇和原花青素的测定

王夏青<sup>1</sup>, 於洪建<sup>2</sup>, 赵余庆<sup>3\*</sup>

(1. 辽宁中医药大学, 辽宁 沈阳 110032; 2. 天津市尖峰天然产物研究开发有限公司, 天津 300457;

3. 沈阳药科大学, 辽宁 沈阳 110016)

**摘要:**目的 利用 HPLC 法与分光光度法对干红葡萄酒中儿茶素、表儿茶素、白藜芦醇和原花青素分别进行测定。方法 儿茶素、表儿茶素和白藜芦醇采用 HPLC 法测定, Kromasil C<sub>18</sub> 色谱柱(150 mm ×4.6 mm);流动相采用甲醇-水梯度洗脱;体积流量为 1 mL/min;检测波长为 290 nm;每次进样 10  $\mu$ L。花青素采用分光光度法测定。结果 干红葡萄酒中白藜芦醇、儿茶素和表儿茶素质量浓度分别为 0.036 5~0.893 9 mg/L, 0.27~70.14 mg/L, 1.04~15.32 mg/L;原花青素为 0.309~3.111 mg/mL。结论 干红葡萄酒中儿茶素与表儿茶素的量较高,白藜芦醇的量稍低;原花青素的量平均为 2.1219 mg/mL。

**关键词:**干红葡萄酒;儿茶素;表儿茶素;白藜芦醇;高效液相色谱;原花青素;紫外分光光度

中图分类号:R286.02 文献标识码:B 文章编号:0253-2670(2009)05-0745-03

红葡萄酒是用成熟的葡萄为原料,经破碎、压榨后带皮直接发酵酿成的饮料酒。干红葡萄酒含有对人体有益的维生素、氨基酸以及多酚类化合物等,不仅营养丰富,而且具有一定的养生功效。目前对干红葡萄酒品质评价的方法多数还局限于感官分析和单一化学成分的鉴定,对干红葡萄酒科学的、整体性的评价方法还处于探索阶段<sup>[1]</sup>。白藜芦醇是一种重要的植物抗毒素和抗氧化剂,葡萄制品如葡萄酒,葡萄汁中都存在,其中以干红葡萄酒中的量最高。白藜芦醇具有调血脂,抑制血小板,改善非酒精性脂肪

肝及抑制脂肪氧化酶活性的作用,并可通过保护细胞线粒体中 DNA 免遭化学损害而发挥延缓衰老功效<sup>[2-4]</sup>。儿茶素、表儿茶素是茶多酚的主要成分。现代药理研究表明,儿茶素具有抗氧化、防辐射、护肤美容、减缓香烟毒害等多种功效<sup>[5]</sup>。原花青素是葡萄籽提取物的主要活性成分,由单体(儿茶素、表儿茶素)和基于此单体的聚合物组成,其中生物活性最强的部分是低聚体(二、四聚体)原花青素<sup>[6]</sup>,是评价葡萄籽提取物和葡萄制品质量的重要指标。本研究对干红葡萄酒中儿茶素、表儿茶素、白藜芦醇和原

\* 收稿日期:2008-10-14  
\* 通讯作者 赵余庆