

艺条件制备3批样品,测定6-姜酚的质量分数,结果表明,生姜粗提物经大孔吸附树脂纯化后,以粗提物计,6-姜酚平均得率为3.91%,以纯化物计,6-姜酚平均质量分数为30.24%。对药材、粗提物和纯化物中6-姜酚的质量分数进行比较,见表1。经大孔树脂纯化后,6-姜酚的质量分数有了明显提高,显示本纯化方法可行。

表1 生姜药材、粗提物和纯化物中的6-姜酚

Table 1 Determination of 6-gingerol in ginger, extracts, and purified preparation

批号	6-姜酚/%		
	药材	粗提物	纯化物
090701	0.112 3	5.61	30.60
090702	0.116 9	5.75	30.02
090703	0.118 9	5.58	30.11

3 讨论

本研究采用大孔吸附树脂法对生姜提取物的纯化工工艺进行考察,结果表明生姜提取物经过大孔树

脂纯化后,许多水溶性杂质被除去,大孔树脂能够有效地对生姜有效成分进行富集,使有效成分6-姜酚的质量分数明显增加。本工艺稳定,切实可行,为生姜制剂的研究提供参考。

参考文献:

- [1] 何文珊,严玉霞. 生姜的化学成分及生物活性研究概况[J]. 中药材,2001,24(5):376.
- [2] 路萍,赖炳森,梁萍,等. 姜油体外抗氧化活性和对细胞DNA损伤防护作用的实验研究[J]. 中国中药杂志,2003,28(9):873-875.
- [3] 姜泉,夏斌. 6-姜酚对大鼠脑缺血再灌注炎症细胞因子的影响[J]. 咸宁学院学报:医学版,2007,21(4):281-283.
- [4] Hiroe K. Gingerol compounds from the rhizomes of *Zingiber officinale* [J]. *Phytochemistry*, 1992, 31(5): 1793-1786.
- [5] Hiroe K. Cyclic diaryl heptanoids from rhizomes of *Zingiber officinale* [J]. *Phytochemistry*, 1996, 43(1): 273-277.
- [6] Zaraf R. Application of two rapid techniques of column chromatography to separate the pungent principles of ginger (*Zingiber officinale* Roscoe) [J]. *J Chromatogr*, 1992, 609(1/2): 407-413.

HPLC 法测定板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷

安益强^{1,2},袁海建³,施峰¹,贾晓斌^{1*},宁青¹

(1. 江苏省中医药研究院 中药新型给药系统重点实验室 国家中医药管理局中药口服释药系统重点研究室,江苏 南京 210028; 2. 河南仲景药业股份有限公司,河南 郑州 450001; 3. 泰州职业技术学院,江苏 泰州 225300)

摘要:目的 测定板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷,比较不同厂家板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷的差异。方法 采用高效液相色谱法测定,Zorbax SB-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm,5 μm),流动相为乙腈-水(11:89);体积流量为1.0 mL/min,检测波长为225 nm,进样量20 μL,柱温为30℃。结果 落叶松树脂醇-吡喃糖苷的线性范围为0.061 5~1.844 1 μg($r=0.999 5$),平均加样回收率为99.01%,RSD为1.99%。结论 建立的方法可以简便、准确地测定板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷,重现性好;各厂家生产的板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷的差别较大,有必要建立落叶松树脂醇-吡喃糖苷的定量控制方法。

关键词:板蓝根颗粒;落叶松树脂醇-吡喃糖苷;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)11-1752-03

板蓝根颗粒收录于《中国药典》2005年版,是我国传统治疗病毒性感冒及腮腺炎的理想药物,主要以十字花科植物菘蓝 *Isatis indigotica* Fort. 的根,即板蓝根为原料制成的单味制剂^[1]。《中国药典》2005年版仅通过定性鉴别对板蓝根颗粒进行质量控制,无定量测定指标,难以严格控制药品质量,保证用药的安全、有效。板蓝根制剂的质量控制研究

多以靛蓝、靛玉红为指标^[1,2],而靛蓝、靛玉红为脂溶性成分,用水提取几乎提取不出,而实际生产中板蓝根多为水提取,提取出的量较小,况且靛蓝、靛玉红没有抗病毒活性,不适合作为板蓝根颗粒的控制指标。落叶松树脂醇-吡喃糖苷[clemastanin B, 7S, 8R, 8'R-(+)-落叶松树脂醇-4,4'-二-O-β-D-吡喃葡萄糖苷]具有显著的抗病毒活性^[3],且水溶性较好,

收稿日期:2009-01-29

基金项目:江苏省中医药领军人才资助项目(2006);苏州市科技计划资助项目(SSY0606)

作者简介:安益强(1982—),男,河南省开封人,就职于河南仲景药业股份有限公司质保部,研究方向为中药适宜新剂型。

Tel: (0371) 67986771 E-mail: anyhe2006@yahoo.com.cn

* 通讯作者 贾晓斌 Tel: (025) 85637809 E-mail: jxiaobin2005@hotmail.com

用水能提取出来绝大部分。故落叶松树脂醇-吡喃糖苷是反映板蓝根颗粒质量的一个重要指标。因此本研究采用高效液相色谱法测定板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷,为评价板蓝根颗粒的质量提供科学依据。

1 仪器与试剂

Agilent1200 型高效液相色谱仪(包括四元泵,自动进样器,DAD 二极管阵列检测器);KQ5200 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);BP—211D 分析电子天平(德国 Sartorius 公司,十万分之一);RE—5299 型旋转蒸发器(巩义市予华仪器有限公司)。

落叶松树脂醇-吡喃糖苷对照品(北京格润得科技有限公司,质量分数 $\geq 98\%$,批号:20080300);板蓝根颗粒由不同生产厂家提供;乙腈(Tedia 公司,色谱纯),甲醇、乙醇(南京化学试剂有限公司,分析纯),水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 检测波长的选择:取落叶松树脂醇-吡喃糖苷对照品适量,用 50% 甲醇配制成溶液,在 200~400 nm 全波长扫描,发现落叶松树脂醇-吡喃糖苷的最大吸收波长是 225 nm,其次是 276 nm,故选择检测波长为 225 nm。

2.2 色谱条件:Zorbax SB-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm,5 μ m),流动相为乙腈-水(11:89);体积流量为 1.0 mL/min,检测波长为 225 nm,进样量 20 μ L,柱温为 30 $^{\circ}$ C。高效液相色谱图见图 1。

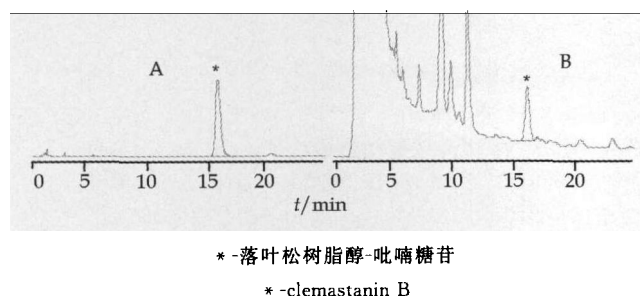


图 1 落叶松树脂醇-吡喃糖苷对照品(A)和板蓝根颗粒(B)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of clemastanin B reference substance (A) and Banlangen Granula (B)

2.3 对照品溶液的制备:称取落叶松树脂醇-吡喃糖苷对照品约 2.0 mg,精密称定,置于 5 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,制成 0.409 8 mg/mL 的对照品溶液。

2.4 供试品溶液的制备:取板蓝根颗粒 10 袋内容物,混匀,研细,取约 1 g,精密称定,置 50 mL 具塞

锥形瓶中,加 50% 甲醇 40 mL,超声提取 30 min,滤过,并用 10 mL 50% 甲醇洗涤药渣,合并滤液,减压浓缩至干,并定容于 5 mL 量瓶中,摇匀,0.45 μ m 微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.5 线性关系考察:精密量取 0.409 8 mg/mL 落叶松树脂醇-吡喃糖苷对照品溶液 1.5 mL,置于 10 mL 量瓶中,加 50% 甲醇至刻度,摇匀;分别精密吸取该溶液 1、3、6、10、15、20、30 μ L 依次进样,以进样质量(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标绘制标准曲线,得回归方程 $Y=22.28 X+8.18$, $r=0.999 5$,结果表明落叶松树脂醇-吡喃糖苷在 0.061 5~1.844 1 μ g 与峰面积呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验:精密吸取批号 0707530 板蓝根颗粒样品制备的供试品溶液 20 μ L,在同一条件下重复进样 6 次,以落叶松树脂醇-吡喃糖苷峰面积进行计算,RSD 为 0.94%。

2.7 稳定性试验:取批号 0707530 板蓝根颗粒样品制备的供试品溶液分别在 0、2、4、8、16、20、24 h 进样,测定落叶松树脂醇-吡喃糖苷峰面积,按峰面积计算得 RSD 为 1.32%。

2.8 重现性试验:取批号 0707530 板蓝根颗粒样品,平行称定 6 份,制备供试品溶液,每份精密吸取 20 μ L 进样测定,计算得板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷的质量分数为 194.6 μ g/g,RSD 为 1.26%。

2.9 加样回收率试验:取批号 0707530 板蓝根颗粒约 0.5 g,精密称定 9 份,每 3 份加入 0.072、0.092、0.112 mg 落叶松树脂醇-吡喃糖苷对照品,制备供试品溶液,进样测定,计算得平均回收率为 99.01%,RSD 为 1.99%($n=9$)。

2.10 样品测定:对不同厂家板蓝根颗粒制备供试品溶液。分别精密吸取对照品、供试品溶液 20 μ L 注入色谱仪,以外标法计算样品中落叶松树脂醇-吡喃糖苷的质量分数,结果见表 1(上海中瀚投资集团宁国邦宁制药有限公司生产的板蓝根颗粒,因量较低,注入 20 μ L 时超过线性范围,故注入 40 μ L)。

3 讨论

3.1 洗脱系统的选择:比较了甲醇-水、乙腈-醋酸水、乙腈-水洗脱系统,甲醇-水、乙腈-醋酸水系统均不能使落叶松树脂醇-吡喃糖苷得到较好的分离,乙腈-水洗脱系统能使落叶松树脂醇-吡喃糖苷与其他峰有较好的分离,分离度大于 1.5,故选择乙腈-水系统分析样品。

3.2 样品处理方法的选择:在样品处理过程中,比较了甲醇、乙醇、50% 甲醇、水几种提取溶媒,结果表

表 1 不同厂家板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷的测定结果 (n=3)
Table 1 Determination of clemastanin B in Banlangen Granula from different factories (n=3)

生产厂家	批号	规格/(g·袋 ⁻¹)	落叶松树脂醇-吡喃糖苷/(μg·g ⁻¹)	RSD/%
哈药集团世一堂制药厂	707530	5	194.6	1.30
广州白云山和记黄埔中药有限公司	A8A027	10	32.6	1.27
甘肃众友药业有限公司	110305	10	104.8	1.38
上海海虹实业(集团)巢湖中辰药业有限公司	71032	10	25.3	1.96
上海中瀚投资集团宁国邦宁制药有限公司	70706	10	10.6	2.72
山东三九药业有限公司	712025	10	20.0	2.22
芜湖张恒春药业有限公司	711011	10	27.4	1.71
吉林敖东延边药业股份有限公司	0706008-262	10	49.3	1.25

明以 50% 甲醇为最佳提取溶媒;以 50% 甲醇为提取溶媒,比较了 3 种不同的提取方法:冷浸法、回流提取法、超声提取法,结果后者提取量明显高于前两种提取方法;采用超声提取法,分别考察了加入 10、20、30、40、50 mL 50% 甲醇的提取效果,结果表明 40、50 mL 提取量无明显差别,故选择 40 mL 50% 甲醇进行提取;采用超声提取法,加入 40 mL 50% 甲醇,又分别考察了提取 15、30、45、60、75 min 的提取效果,结果表明从超声提取 30 min 后,提取量无明显差别,故提取时间选择 30 min。

不同厂家板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷从 10.6~194.6 μg/g。其中,上海中瀚投资集团宁国邦宁制药有限公司的板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷的量最低,而哈药集团世一堂制药厂的

量最高。虽然各个厂家生产的板蓝根颗粒包装规格略有差别,但各厂家药品服用量均为 5~10 g/次,3~4 次/日,这使得在临床上应用该制剂时,有可能药效相差较大,故而,需要对板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷的量进行控制。各厂家工艺条件不一致及原药材质量的优劣是板蓝根颗粒中落叶松树脂醇-吡喃糖苷差异的主要原因。

参考文献:

[1] 颜艺周,邹品文. HPLC 法测定板蓝根颗粒中靛玉红的含量[J]. 中国药房,2008,19(3):211-212.
[2] 熊 丽,干国平. 复方板蓝根颗粒中靛蓝和靛玉红的含量测定[J]. 中国药师,2007,10(10):1047-1048.
[3] 李 祥,何立巍,孙东东,等. 板蓝根抗病毒提取物和提取方法及用途以及含量测定方法[P]. 中国专利:CN1969923,2007-05-30.

HPLC 法测定肾炎康复片中丹参酮 I、隐丹参酮和丹参酮 II_A

周 军¹,马 莉²,吕曙华¹

(1. 天津市药品检验所,天津 300074; 2. 天津药物研究院中药现代部,天津 300193)

摘 要:目的 肾炎康复片中丹参酮 I、隐丹参酮 II_A 进行测定。方法 采用高效液相色谱法,Phenomenex C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);柱温:35℃;流动相:乙腈-甲醇-水(50:25:25);体积流量:1.0 mL/min;检测波长:270 nm。结果 丹参酮 I、隐丹参酮及丹参酮 II_A 的线性范围分别为 0.010~0.260 μg,0.010 2~0.255 μg,0.020 2~2.02 μg;平均回收率分别为 98.6%(RSD 为 1.7%),97.5%(RSD 为 1.3%),100.2%(RSD 为 0.82%)。结论 本方法简便、快速、准确,可以作为肾炎康复片的质量控制标准。
关键词:肾炎康复片;丹参酮 I;隐丹参酮;丹参酮 II_A;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)11-1754-03

肾炎康复片是天津同仁堂制药有限公司生产的品种,用于益气养阴,补肾健脾,清除余毒,主治慢性肾小球肾炎,属于气阴两虚,脾肾不足,毒热未清证者,表现为神疲乏力,腰酸腿软,面浮脸肿,头晕耳

鸣;蛋白尿,血尿等。本品处方中含有西洋参、丹参、益母草等 13 味中药材,丹参具有祛瘀止痛、活血通经的功效,因此测定丹参中脂溶性成分可以更加有效的控制样品的质量。因此本实验采用 HPLC

收稿日期:2009-01-14
作者简介:周 军(1976—),男,天津人,主管药师,硕士,1998 年毕业于天津中医学院中药系,获得本科学位,2006 年毕业于天津大学药物分析学专业,获得硕士学位,研究方向为药物分析与质量控制。Tel:(022)23374076