

表 2 初始因子载荷矩阵

Table 2 Matrix of initial factors

峰号	主成分	
	1	2
1	0.953 882	- 0.278 739
2	0.927 267	- 0.063 600
4	0.752 388	- 0.654 610
5	0.748 837	- 0.647 041
6	0.984 478	- 0.125 873
7	0.987 419	- 0.134 461
8	0.792 888	0.473 894
9	0.693 051	0.686 417
10	0.693 466	0.676 791
11	0.950 603	- 0.296 406
12	0.781 374	0.511 267
13	0.708 271	0.643 067
14	0.975 461	- 0.187 037
15	0.893 752	- 0.171 121

$0.400\ 076\ X_9 + 0.394\ 466\ X_{10} - 0.172\ 76\ X_{11} + 0.297\ 99\ X_{12} + 0.374\ 81\ X_{13} - 0.109\ 01\ X_{14} - 0.099\ 74\ X_{15}$ 。

两个主成分中, F_1 是特征值最大的, 而第一主成分中系数最大的为 X_7 , 即为峰 7 相对于峰 3 的面积经标准化数值, 从归属图上可知, 峰 7 为诃黎勒酸, 证明诃黎勒酸的量在诃子的质量控制中起着相对比较重要的作用。

3 讨论

3.1 流动相的选定: 选用不同比例的甲醇-水-磷酸、乙腈-水-磷酸等流动相体系, 进行试验对比, 以确定最佳流动相的组成及洗脱梯度。结果表明, 乙腈-水-磷酸系统, 药材中的组分分离不理想。甲醇-

水-磷酸系统, 各组分均可基线分离, 故选择甲醇-水-磷酸系统为流动相。

3.2 检测波长的选择: 取供试品溶液, 进样 2 μL , 进行 210~400 nm 的全波长扫描, 并各波长下的色谱图进行分析比较。结果表明, 在 280 nm 时图谱中可以尽可能地获取色谱组分信息以反映体系组成的全貌, 因此选择 280 nm 作为检测波长。

3.3 提取方式的选定: 试验了水、30% 乙醇、50% 乙醇、70% 乙醇提取, 结果表明 70% 乙醇相比其他几种溶剂, 提取的成分多, 故选用 70% 乙醇作为提取溶剂。另外, 比较了超声提取与回流提取, 发现回流提取出的峰较多, 提取率较高, 因此, 样品采用回流提取。

参考文献:

- [1] 王金华, 孙芳云, 杜冠华. 诃子的药理作用研究进展[J]. 中国民族医药杂志, 2006, 12(6): 45-47.
- [2] 颜玉贞, 谢培山, 宋力飞, 等. 西青果药材及提取物液相指纹图谱的应用研究[J]. 中成药, 2004, 26(8): 603-607.
- [3] 张铁军, 韩世柳, 田成旺, 等. 清咽滴丸极性成分的高效液相指纹图谱及其模式识别的研究[J]. 中草药, 2010, 41(8): 1282-1285.
- [4] 王文燕, 赵强, 张铁军, 等. 牛黄降压丸的高效液相指纹图谱研究[J]. 中草药, 2010, 41(1): 56-57.
- [5] 王文燕, 赵强, 张铁军, 等. 川芎药材的 HPLC 指纹图谱及模式识别研究[J]. 中草药, 2009, 40(12): 1980-1983.
- [6] 罗文, 刘斌, 王伟, 等. 山楂药材 HPLC 指纹图谱研究[J]. 现代药物与临床, 2009, 24(1): 39-42.
- [7] 张海龙, 裴月湖, 华会明. 诃子化学成分及药理的研究进展[J]. 沈阳药科大学学报, 2001, 18(6): 452-455.
- [8] 丁岗, 刘延泽, 王莉, 等. 诃子中主要可水解丹宁的结构鉴定[J]. 中国药科大学学报, 2001, 32(2): 91-93.

醋柳黄酮固体分散体的制备研究

谢燕, 邹珊珊, 李国文*, 荣蓉, 蔡贞贞*
(上海中医药大学, 上海 201203)

摘要: 目的 将醋柳黄酮制成固体分散体, 提高醋柳黄酮中有效成分的体外溶出。方法 以溶出度为指标, 选择载体; 通过单因素和正交试验筛选最佳制备工艺, 制备固体分散体。结果 醋柳黄酮固体分散体的优化制备工艺为: 醋柳黄酮与 Polaxamer 188 比例为 1: 4, 以每 7.5 g 固体分散体溶于 200 mL 80% 乙醇中, 超声 25 min, 挥发溶剂, 4 $^{\circ}\text{C}$ 固化 10 h, 研成小块, 干燥 24 h, 取出研细, 得醋柳黄酮固体分散体。结论 以 Polaxamer 188 为载体制备的醋柳黄酮固体分散体体外溶出迅速, 可用于制备速效、高效的醋柳黄酮口服制剂。

关键词: 醋柳黄酮; 固体分散体; Polaxamer 188; 溶出度

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2010)09-1469-05

* 收稿日期: 2010-01-30

基金项目: 上海市自然科学基金资助项目(09ZR1431700); 上海市教育委员会预算内科研项目(09jw22)

作者简介: 谢燕(1978—), 女, 重庆璧山人, 硕士, 助理研究员, 主要从事中药新制剂与新剂型的研究与开发。

Tel: (021) 51322044 E-mail: rosexie_2004@163.com

* 通讯作者 李国文 Tel: (021) 51322042 Fax: (021) 51322043 E-mail: lgwshutcm@163.com

醋柳黄酮是从醋柳 *Hippophae rhamnoides* L. 果实中提取的黄酮类化合物, 具有抗心肌缺血、抗心律失常、提高耐缺氧能力、降低血清胆固醇等广泛的药理功效^[1], 能够有效治疗心脑血管疾病。由于其来源广、作用温和持久、无不良反应而备受关注。醋柳黄酮片是临床上使用的中成药之一^[2], 醋柳黄酮中主要含有异鼠李素、槲皮素及其苷, 系难溶性药物, 在甲醇、乙醇、醋酸乙酯及碱性水溶液中微溶, 在水中极微溶, 这对有效成分在体内的吸收速度和程度, 以及治疗效果均造成一定影响。固体分散技术是指药物以分子、胶体或超细粒子状态高度分散于惰性载体中形成的一种以固体形式存在的分散系统。其特点是提高难溶性药物的溶解度, 加快溶出速率, 以提高药物的吸收和生物利用度^[3-10]。本研究对醋柳黄酮固体分散体制备工艺进行筛选和优化, 以期改善醋柳黄酮的体外溶出性能, 提高生物利用度。

1 材料与仪器

醋柳黄酮(四川川大华西药业股份有限公司, 质量分数 13.69%, 批号 070301); 心达康片(上海天赐福生物工程有限公司, 批号 051001); 试剂均为分析纯。

Agilent 1200 高效液相色谱仪; SHZ-A 水浴恒温振荡器(上海博迅实业有限公司医疗设备厂); 80-2 离心机(上海手术器械厂); SB5200D 超声波清洗机(宁波新芝生物科技股份有限公司); Agilent 8453 紫外扫描仪; 塞多利斯 BS/B7 系列四位数字天平; RCZ-6C1 型药物溶出度仪(上海黄海药检仪器厂); SCENO R 系列旋转蒸发仪(上海申生科技有限公司)。

2 方法与结果

2.1 紫外分光光度法测定醋柳黄酮的方法建立^[11]

2.1.1 检测波长的确定: 称取 20 mg 醋柳黄酮原料溶于 450 mL 0.5% 聚山梨酯 80 溶液中, 0.8 μm 滤膜滤过, 取续滤液, 以 0.5% 聚山梨酯 80 作空白对照, 在 200~600 nm 处进行紫外扫描。结果醋柳黄酮原料在 373~374 nm 处有最大吸收, 与文献报道的最大吸收^[9] 相近, 故选择 374 nm 作为溶出度的检测波长。

2.1.2 标准曲线的制备: 精密称取醋柳黄酮 50.5 mg 置于 50 mL 量瓶中, 以少量无水乙醇超声溶解, 定容至刻度。用 0.8 μm 滤膜滤过, 精密吸取续滤液 2.5 mL 置于 25 mL 量瓶中, 以 0.5% 聚山梨酯 80 溶液定容至刻度。从中分别吸取 1、2、3、4、5 mL 分别置于 10 mL 量瓶, 以 0.5% 聚山梨酯 80 溶

液定容至刻度。以 0.5% 聚山梨酯 80 作为空白对照, 于 374 nm 处测定吸光度, 以吸光度对醋柳黄酮质量浓度进行线性回归, 得标准曲线方程: $A = 0.0126C + 0.0061$, $R^2 = 0.9999$, 线性范围: 10.1~505 μg/mL。

2.2 溶出介质的选择

2.2.1 色谱条件: Kromasil KR100-5C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-0.2% 磷酸(50:50); 体积流量为 1 mL/min; 柱温 35℃; 检测波长 371 nm; 进样量 20 μL。

2.2.2 溶出介质的确定: 取 0.5% 聚山梨酯 80、pH 1.2 盐酸溶液、pH 6.86 磷酸缓冲溶液、1% 十二烷基硫酸钠、蒸馏水各 150 mL, 加入过量醋柳黄酮, 于 37℃ 水浴中振荡 6 h, 观察现象。取出, 离心 15 min (4000 r/min), 0.45 μm 滤膜滤过, 取续滤液 2 mL, 用流动相稀释定容至 10 mL, 吸取 20 μL 测定, 结果见表 1。从现象上看 1% 十二烷基硫酸钠与 0.5% 聚山梨酯 80 溶解度较大, 但高效液相色谱无法检测出 1% 十二烷基硫酸钠溶液中有黄酮成分。可能是 1% 十二烷基硫酸钠形成胶束包裹药物, 随温度下降而析出, 不能起到增溶作用。故使用 0.5% 聚山梨酯 80 做为溶出介质。

表 1 不同溶出介质的现象与结果

Table 1 Phenomenon and results in different dissolving media

溶出介质	现象	总黄酮/ (μg·mL ⁻¹)
0.5% 聚山梨酯 80	略微呈现黄色, 有土黄色沉淀	2.399
pH 1.2 盐酸溶液	颜色无明显变化, 有土黄色沉淀	—
pH 6.86 磷酸缓冲溶液	颜色无明显变化, 有土黄色沉淀	—
1% 十二烷基硫酸钠	略微呈现黄色, 有土黄色沉淀	—
蒸馏水	颜色无明显变化, 有土黄色沉淀	—

2.3 载体的选择

2.3.1 溶剂法制备: 称取醋柳黄酮原料 3 g, 分别称取载体 PEG 4000、PEG 6000、PVP K30、Poloxamer188 各 12 g, 加入 200 mL 无水乙醇, 超声 5 min 使完全溶解, 70℃ 水浴旋转蒸发, 刮取烧瓶壁上物质, 4℃ 固化 10 h, 取出, 干燥 24 h, 研碎, 称定质量, 计算得率。结果见表 2。

2.3.2 熔融法制备: 分别称取载体 PEG 4000、PEG 6000、PVP-K30、Poloxamer188 各 12 g 置于蒸发皿中, 水浴加热至熔融状(70℃)。另称取醋柳黄酮原料 3 g, 缓慢加入其中, 边加边搅拌, 持续搅拌 1 h, 倒出于干净的托盘中, 4℃ 固化 10 h, 取出, 干燥 24

h, 研碎, 称定质量, 计算得率。结果见表 2。

2.3.3 溶剂熔融法制备: 分别称取载体 PEG 4000、PEG 6000、PVP-K30、Poloxamer188 各 12 g, 水浴加热至熔融状(70℃), 另称取醋柳黄酮原料 3 g, 以无水乙醇超声溶解后, 加入其中, 边加边搅拌, 持续搅拌 1 h, 至无醇味, 4℃固化 10 h, 取出, 干燥 24 h, 研碎, 称定质量, 计算得率。结果见表 2。

表 2 样品的得率结果

Table 2 Results of sample yield

载 体	得率/%		
	溶剂法	熔融法	溶剂-熔融法
PEG 4000	—	75	72
PEG 6000	—	77	73
PVP-K30	65	—	—
Poloxamer188	—	88	82

2.3.4 机械混合法制备: 称取醋柳黄酮原料 3 g, 载体 PEG 4000、PEG 6000、PVP-K30、Poloxamer188 各 12 g, 混合均匀, 即得。

2.3.5 溶出率的比较: 取心达康片、各醋柳黄酮固体分散体、机械混合物, 参照《中国药典》2005 年版附录 XC 第二法, 以 0.5% 聚山梨酯 80 水溶液作为溶出介质, 温度为(37.0±0.5)℃, 转速为 100 r/min, 依法操作。从投入溶出杯开始计时, 分别于 10、20、30、45、60、120 min 取样 10 mL, 同时补充 10 mL 同温度溶出介质, 0.8 μm 滤膜滤过, 取续滤液, 于 374 nm 下测定紫外吸光度, 代入标准曲线方程求算溶出率, 并绘制溶出曲线。见图 1。

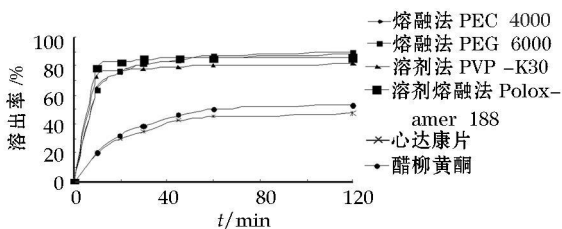


图 1 不同载体的溶出曲线

Fig 1 Dissolution curve in different carriers

可见固体分散体的溶出度均比混合物、心达康片有较大程度提高。通过各载体比较, 为达最快溶出目的, 以 10 min 的溶出情况作为参照标准, 溶剂-熔融法 Poloxamer 188 的溶出情况较好, 故选择其作为载体。

2.4 工艺条件的单因素试验

2.4.1 制备方法的选择: 固定醋柳黄酮与 Poloxamer188 的比例为 1:4, 分别以溶剂法、研磨法、熔融法、溶剂-熔融法制备固体分散体, 比较各固体分散体 2 h 的溶出曲线, 见图 2。可见溶剂法制备的固体

分散体溶出度最好, 故选用溶剂法制备固体分散体。

2.4.2 溶剂的选择: 固定醋柳黄酮与 Poloxamer 188 的比例为 1:4, 分别量取 60%、70%、80%、90%、100% 乙醇 200 mL 制备醋柳黄酮固体分散体, 比较各固体分散体 2 h 的溶出曲线, 见图 3。可见不同体积分数乙醇制备的固体分散体溶出度随乙醇体积分数的增加先增大后减小, 当乙醇体积分数为 80% 时溶出效果最好, 故确定制备工艺采用的乙醇体积分数为 80%。

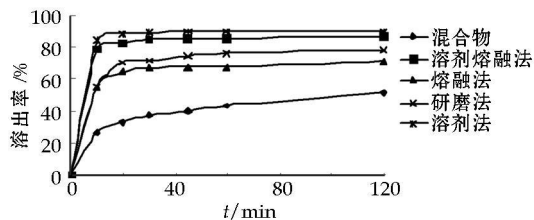


图 2 Poloxamer188 溶出曲线

Fig 2 Dissolution curve in Poloxamer188 carrier

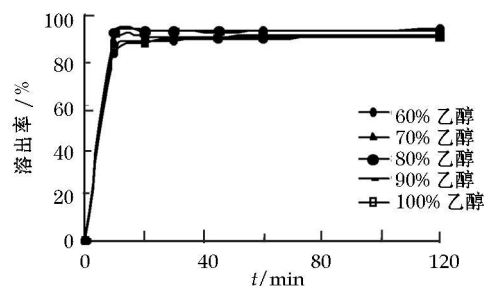


图 3 不同体积分数乙醇的产品溶出曲线

Fig 3 Dissolution curve of products with different concentration of alcohol

2.4.3 原料与载体比例的选择: 选取醋柳黄酮与载体比例分别为 1:2、1:3、1:4、1:5、1:6, 量取 80% 乙醇 200 mL, 以溶剂法制备醋柳黄酮固体分散体, 比较各固体分散体 2 h 的溶出曲线, 见图 4。可见不同比例的样品溶出度随载体用量的增加均有不同程度的提高, 而比例为 1:4 时溶出度最佳。故确定选用 1:4 作为原料与载体的比例。

2.4.4 超声提取时间的选择: 固定醋柳黄酮与 Poloxamer 188 的比例为 1:4, 乙醇体积分数为 80%, 以溶剂法取超声时间 25、40、60 min 制备样品, 分别测定 2 h 的溶出度, 分析比较超声提取时间对溶出度的影响。见图 5。可见随着超声时间的增加, 固体分散体中黄酮的溶出度先增加后减小, 说明长时间超声可能不利于黄酮成分的溶出。故选择以 25 min 为制备工艺的超声提取时间。

2.4.5 溶剂用量的选择: 选取 150、200、250 mL 溶剂量, 固定醋柳黄酮与 Poloxamer188 的比例为 1:4, 乙

醇体积分数为 80%，超声时间为 25 min 制备固体分散体，分别测定 2 h 的溶出度，见图 6。可见随着乙醇用量的增加，固体分散体溶出度先增加后减小，当乙醇用量为 200 mL 时溶出度最好，故选取 200 mL 作为溶剂用量。

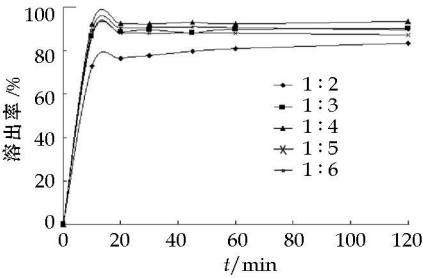


图 4 原料与载体不同比例的固体分散体溶出度
Fig 4 Dissolution rate of proportion between raw material and carrier

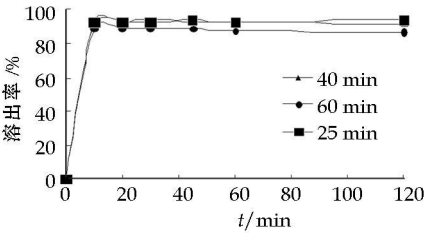


图 5 超声时间对溶出度的影响
Fig 5 Effect of ultrasonic extracting time on dissolution rate

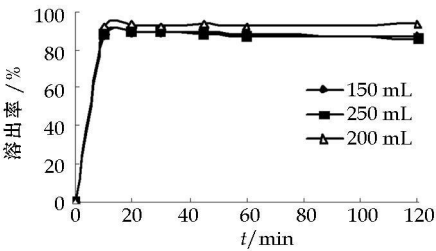


图 6 不同乙醇用量对溶出曲线的影响
Fig 6 Effect of alcohol volumes on dissolution curve

2.5 正交试验: 在各项单因素试验的基础上, 选取对溶出度影响较大的因素, 即原料与载体的比例 (X_1)、80% 乙醇用量 (X_2) 作为因素, 以 10 min 累积溶出度作为指标, 优化制备工艺。正交试验设计及结果见表 3。

可见试验组得率均在 80% 以上; 以溶出度为因变量, 以 X_1 、 X_2 为自变量进行多因素线性回归, 得线性方程: $Y = 82.18 + 2.22X_1 + 9.21X_2$ 。表明 10 min 累积溶出度与两因素均呈正比, 但因素 X_2 对溶出度的影响远远大于因素 X_1 。正交设计的直观结果表明试验 5 的溶出度大于其他任何组, 与单因素试验筛选的结果相同。

表 3 正交试验设计及结果
Table 3 Design and results of orthogonal test

试验号	X_1 / mL	X_2	10 min 溶出率 / %	得率 / %
1	- 1(150)	- 1(1: 2)	68.98	81
2	- 1	0(1: 4)	80.25	86
3	- 1	+ 1(1: 6)	85.03	84
4	0(200)	- 1	70.54	85
5	0	0	95.14	88
6	0	+ 1	92.06	85
7	+ 1	- 1	71.28	89
8	+ 1	0	87.33	81
9	+ 1(250)	+ 1	88.98	89

3 讨论
在溶出度测定过程中, 试验结果受操作影响较大, 故在每次试验操作过程中应尽量保持平行操作。由于固体分散体的颗粒大小对于溶出度有较大的影响, 所以将固体分散体样品过筛, 使颗粒大小均匀, 以消除由于颗粒大小不均对试验结果造成的不良影响。

通过不同载体对固体分散体溶出度的影响, 发现醋柳黄酮与不同载体的机械混合物与市售心达康片的溶出曲线基本吻合, 而不同载体制备的固体分散体溶出度均得到明显改善, 可达到增加体外溶出的目的, 并选择了溶出最快的 Polaxamer 188 作为载体进行制备工艺的优化。

由于载体 Poloxamer 188 熔点较低(为 40~ 45 ℃), 用喷雾干燥法制备固体分散体的过程中, 发生了粘壁情况并易堵塞喷头, 说明该载体不适合用喷雾干燥法制备固体分散体。

在单因素试验中发现, 乙醇体积分数在 80% 时制备得到的固体分散体溶出度最大。可能由于 Poloxamer188 水溶性较好, 而醋柳黄酮脂溶性较好, 当乙醇体积分数为 80% 时两者均能达到最大的溶解度, 此时制备的醋柳黄酮固体分散体能够达到最大程度的溶出。

通过单因素试验和正交试验, 确定最优制备工艺为: 根据原料与载体比例为 1: 4 称取醋柳黄酮与 Polaxamer188, 以每 7.5 g 固体分散体溶于 200 mL 80% 乙醇中, 超声溶解 25 min, 旋转蒸发至乙醇基本蒸出, 高温水浴至无水, 4 ℃固化 10 h, 取出研成小块, 置于干燥器中干燥 24 h, 取出研细, 即得醋柳黄酮固体分散体。

以 Polaxamer 188 为载体制备的醋柳黄酮固体分散体体外溶出迅速, 可用于制备速效、高效的醋柳黄酮口服制剂。

参考文献:
[1] 刘凤云. 沙棘总黄酮的 药理研究概况[J]. 中药材, 2004, 27 (2): 145-147.
[2] 陈和生. 醋柳黄酮临床研究进展[J]. 华西药 学杂志, 1999,

- 14(4): 256-257.
- [3] 陆彬. 药物新剂型与新技术[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2005.
- [4] Takeuchi H, Nagira S, Yamamoto H. Solid dispersion particles of amorphous indomethacin with fine porous silica particles by using spray-drying method[J]. *Pharmaceutics*, 2005, 293(F2): 155-164.
- [5] Barker S A, Yap S P, Yuen K H. An investigation into the structure and bioavailability of alpha-tocopherol dispersion in Gelucire 44/14[J]. *J Controlled Release*, 2003, 91(3): 477-488.
- [6] Chauhan B, Shimpi S, Paradkar A. Preparation and evaluation of glibenclamide polyglycolized glycerides solid dispersions with silicon dioxide by spray drying technique[J]. *Eur J Pharm Sci*, 2005, 26(2): 219-230.
- [7] Ozeki T, Yuasa H, Kanaya Y. Controlled release from solid dispersion composed of poly(ethylene oxide) carbopol interpolymer complex with various cross linking degrees of Carbopol[J]. *J Controlled Release*, 2000, 63(3): 287-295.
- [8] Takeuchi H, Nagira S, Yamamoto H. Solid dispersion particles of tolbutamide prepared with fine silica particles by the spray drying method[J]. *Powder Technol*, 2004, 141: 187-195.
- [9] 孙孝祥, 吕会芳, 梁容才, 等. 人参皂苷 Rg3 固体分散体的制备与体外特性研究[J]. 中草药, 2008, 39(1): 48-50.
- [10] 王曙宾, 黄兰芷. 葛根素固体分散体的分散状态及其体外评价[J]. 中草药, 2007, 38(11): 1632-1634.
- [11] 翁水旺, 周继斌. 紫外分光光度法测定醋柳黄酮片总黄酮甙元的含量[J]. 光谱仪器与分析, 2000(2): 33-34.

HPLC法测定调经促孕丸中仙茅苷、淫羊藿苷、隐丹参酮和丹参酮II_A

朱艳琴¹, 殷勤红², 王文辉¹, 杨俊¹, 杨朝芬^{1*}

(1 昆明理工大学 分析测试研究中心, 云南 昆明 650093; 2 昆明积大制药有限公司, 云南 昆明 650106)

摘要:目的 建立测定调经促孕丸中仙茅苷、淫羊藿苷、隐丹参酮和丹参酮II_A的方法。方法 采用HPLC法测定, Hypersil ODS 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-0.1%磷酸水溶液, 梯度洗脱, 检测波长 270 nm; 体积流量为 1.0 mL/min; 柱温 35 ℃。结果 4 个成分线性关系良好, 各成分的平均回收率为 97.3%~99.4%。结论 本方法简便、快速, 结果准确, 可用于调经促孕丸的质量控制。

关键词: 调经促孕丸; 仙茅苷; 淫羊藿苷; 隐丹参酮; 丹参酮II_A

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2010)09-1473-03

调经促孕丸是由鹿茸、淫羊藿、仙茅、丹参等 18 味中药组成的复方制剂, 具有温肾健脾, 活血调经的功效, 临床用于脾肾阳虚、瘀血阻滞所致的月经不调、闭经、痛经等症的治疗^[1]。该制剂原质量标准中采用 HPLC 法测定白芍和赤芍中芍药苷。然而复方中药药效的发挥是多组分共同作用的结果, 各指标成分的量及其比例均会影响药效。淫羊藿和仙茅为方中君药, 具有补肾阳强筋骨之功效, 而丹参又能活血通经, 因此参考相关文献报道^[2-5], 本实验建立了同时测定调经促孕丸中仙茅苷、淫羊藿苷、隐丹参酮和丹参酮II_A的方法, 为完善该制剂质量标准提供依据。

1 仪器与试剂

岛津 Prominence LC-20A 液相色谱仪(日本 Shimadzu 公司); SB3200 型超声波清洗器(上海必能信超声有限公司); BP211D 电子天平(德国 Sartorius 公司)。

仙茅苷(批号 110771-200904)、淫羊藿苷(批号 110737-200415)、隐丹参酮(批号 110852-200305)、丹参酮II_A(批号 110766-200518)对照品均由中国

药品生物制品检定所提供; 乙腈为色谱纯, 磷酸为分析纯, 水为重蒸水; 调经促孕丸由北京同仁堂股份有限公司同仁堂制药厂提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Hypersil ODS 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: A 相为乙腈, B 相为 0.1%磷酸水溶液, 梯度洗脱, 0~10 min, A 25%~40%; 10~20 min, A 40%~60%; 20~50 min, A 60%~90%; 检测波长 270 nm; 体积流量为 1.0 mL/min; 柱温 35 ℃。

2.2 对照品溶液的制备: 分别精密称取仙茅苷、淫羊藿苷、隐丹参酮和丹参酮II_A对照品适量, 分别加甲醇制成 371 μg/mL 仙茅苷、102 μg/mL 淫羊藿苷、26.5 μg/mL 隐丹参酮、40 μg/mL 丹参酮II_A对照品贮备液。再精密吸取贮备液适量, 加甲醇制成含仙茅苷 37.1 μg/mL、淫羊藿苷 10.2 μg/mL、隐丹参酮 2.65 μg/mL 和丹参酮II_A 4.0 μg/mL 的混合对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品, 研碎, 精密称定 5 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇溶液 50 mL, 密

* 收稿日期: 2009-11-24

作者简介: 朱艳琴, 女, 贵州都匀市人, 硕士, 从事天然产物研究。Tel: (0871) 5119674 E-mail: zyq23788@sohu.com