品中 5-羟甲基糠醛较生品中明显增加(32 倍), 表明炒炭能大大增加其中 5-羟甲基糠醛的量。

白茅根炒炭后其对小鼠的止血, 凝血时间较生品有显著缩短, 且炭品的血浆复钙时间也有显著缩短[6], 同时白茅根炒炭后 5-羟甲基糠醛也有显著地增加。因此, 5-羟甲基糠醛与白茅根炒炭的止血作用之间是否具有一定的联系, 其对白茅根炒炭机制的揭示尚待进一步研究。

参考文献:
[1] 王明雷, 王素贤, 孙启时, 等. 白茅根化学成分的研究[J]. 中国药物化学杂志, 1996, 6(3): 192-194
[2] 路金才, 孙启时, 王明雷, 等. 白茅根中芦竹素和白茅素的含量测定[J]. 沈阳药科大学学报, 1996, 13(4): 290-291
[3] 宋劲诗, 陈 康. 白茅根炒炭后的止血作用研究[J]. 中山大学学报论丛, 2000, 20(5): 45-48
[4] 杜伟锋, 丁 霞, 蔡宝昌. 山茱萸炮制前后 5-羟甲基糠醛的含量变化研究[J]. 中成药, 2007, 29(12): 1801-1803
[5] 杜伟锋, 蔡 皓, 丁 霞, 等. RP-HPLC 法测定山茱萸生品和酒制品中没食子酸、5-羟甲基糠醛、莫诺苷和马钱素[J]. 中草药, 2008, 39(12): 1813-1815
[6] 丁安伟, 吴丽文. 茅根炭炮制工艺及质量标准研究[J]. 南京中医药大学学报, 1997, 13(1): 21-23

HPLC 法测定余甘子膏中没食子酸

顿 珠[1], 刘 青[1*], 索朗其美[1], 尼 珍[2], 德吉措姆[2], 陈志涛[1*]
(1 西藏藏医学院, 西藏 拉萨 850000; 2 西藏自治区食品药品检验所, 西藏 拉萨 850000)

摘 要: 目的 建立藏药余甘子膏中没食子酸的测定方法。方法 采用 30%甲醇提取样品; 色谱条件为 Shim-pack VP-ODS 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.04%磷酸溶液(10∶90), 柱温: 35℃; 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 274nm。结果 线性范围为 1~200 μg/mL(r=0.999 9), 平均回收率为 101.8%, RSD 为 1.6%。结论 该方法简便, 快速, 准确, 可用于藏药余甘子膏中没食子酸的测定。

关键词: 余甘子膏; 没食子酸; 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(2010)09-1477-02

藏药余甘子膏是根据传统藏药炮制方法, 进行生产加工的一种藏药制剂, 其临床应用广泛, 疗效显著, 具有清热凉血, 消食健胃, 生津止咳之功效, 主要用于血热血瘀, 消化不良, 腹胀, 咳嗽, 喉痛, 口干, 牙痛, 维生素丙缺乏等症[1]。余甘子为大戟科叶下珠属植物余甘子 *Phyllanthus emblica* L. 的果实[2], 主要成分为没食子酸, 相关质量控制内容已列入《中国药典》2005 年版一部, 作为鉴别余甘子的主要依据。本实验参考文献方法[3-5], 建立余甘子膏中主要成分没食子酸的测定方法, 通过方法学考察发现该法简便, 稳定, 可靠, 可对本品进行质量控制。

1 仪器与材料

梅特勒 AE200 电子天平; 岛津 LC—20A 液相色谱仪, 配 SPD—20A 紫外可见检测器; KQ—250DB 超声清洗器(250W, 昆山超声仪器有限公司)。

甲醇(色谱纯, Fisher 公司); 磷酸(上海红卫农药厂); 蒸馏水(自制); 没食子酸(中国药品生物制品检定所, 供测定用, 批号 110831-200803); 余甘子膏由西藏藏医学院研究所提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Shim-pack VP-ODS 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.04%磷酸溶液(10∶90), 柱温: 35℃; 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 274 nm。理论塔板数按没食子酸峰计算不低于 4 000。

2.2 供试品溶液的制备: 取本品粉末约 80 mg, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加 30%甲醇 20 mL, 20℃超声处理(功率 250 W, 频率 40 kHz)20 min, 室温静置, 加 30%甲醇稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加 30%甲醇稀释至刻度, 摇均, 滤过, 取续滤液, 即得。

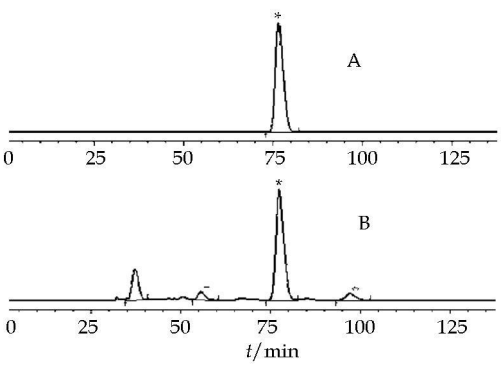
2.3 对照品溶液的制备: 精密称取没食子酸对照品适量, 加 30%甲醇制成 30 μg/mL 的溶液, 即得。

2.4 系统适应性试验: 取上述对照品溶液和供试品溶液, 各进样 20 μL, 测得 HPLC 图谱, 见图 1。

2.5 线性关系的考察: 配制系列质量浓度的没食子酸对照品溶液 1.03、26.18、51.33、82.54、154、205.3 μg/mL, 分别精密进样 20 μL, 测定峰面积。以进样质量浓度对峰面积进行回归, 得回归方程 Y=160 385 X+1.088 05, r=0.999 9。结果表明没食子酸质量浓度与其峰面积在 1~200 μg/mL 存在良好的线性关系。

2.6 精密度试验: 精密量取 30 μg/mL 没食子酸对照品溶液 20 μl, 连续进样 5 次, 测定其峰面积, 计算

* 收稿日期: 2010-01-16
基金项目: 西藏自治区科学技术厅重点科技项目(ZK0600623)
*通讯作者 刘 青 Tel: (0891)6386381 E-mail: liu_navy86@126.com



*-没食子酸

*-gallic acid

图 1 没食子酸对照品(A)和余甘子膏(B)的高效液相色谱图

Fig 1 HPLC Chromatograms of gallic acid reference substance (A) and *Phyllanthi Fructus* Cream (B)

得其 RSD 为 0.2%。

2.7 稳定性试验:取批号 20090924 余甘子膏样品,制备供试品溶液,分别在 0、4、9、13、17、21 h 测定,结果没食子酸峰面积的 RSD 为 0.2%。表明样品溶液在 21 h 内稳定性良好。

2.8 重现性试验:取批号 20090924 余甘子膏样品 6 份,制备供试品溶液,测定峰面积,计算得供试品中没食子酸平均质量分数为 9.6%,RSD 为 0.4%(n=6)。

2.9 回收率试验:采用加样回收法。精密称取批号 20090924 余甘子膏(含没食子酸 9.6%)约 80 mg,共 9 份,精密称定,分为低、中、高 3 组,分别精密加入 1.0 mg/g 没食子酸对照品溶液 6.0、7.5、9.0 mL,制备供试品溶液并测定,计算加样回收率,结果平均回收率为 101.8%,RSD 为 1.6。

2.10 样品测定:取样品 3 批余甘子膏和原药材 1 批,制备供试品溶液,按上述色谱条件测定,计算其中没食子酸的质量分数,结果见表 1。

表 1 样品中没食子酸的测定结果(n=6)

Table 1 Determination of gallic acid in samples (n=6)

批 号	名 称	没食子酸/%
20090908	余甘子膏	9.9
20090914	余甘子膏	10.8
20090924	余甘子膏	9.6
20090824	余甘子原药材	2.2

3 讨论

根据参考文献,比较不同比例的甲醇-0.04%磷酸溶液(5∶95、8∶92、10∶90)流动相系统对没食子酸峰与杂质峰的分离度、保留时间、理论板数等的影响,发现流动相甲醇-0.04%磷酸溶液(10∶90)能保证没食子酸峰与杂质峰的分离度、理论板数均达到较好。比较了没食子酸于 274 nm 及 280 nm 处的吸光度值,结果在 274 nm 处有较高的吸收。

本实验采用 HPLC 法测定藏药余甘子膏中没食子酸,方法线性关系良好,精密度、重现性、回收率均符合要求,稳定性好,以此法制订的质量标准能有效控制其质量。

参考文献:

[1] 宇 妥,元丹贡布. 四部医典[M]. 北京:人民卫生出版社,1983
[2] 罗干明,徐纪文. 余甘子的生药鉴定[J]. 中草药,2000,31(6):461-463
[3] 中国药典[S]. 一部. 2005
[4] 郑 虹. 高效液相色谱测定七味红花殊胜丸中没食子酸的含量[J]. 时珍国医国药,2009,20(3):667-668
[5] 李晓梅,赵琪钟,罗 松. HPLC 法测定藏药余甘子中没食子酸的含量[J]. 中国民族医药杂志,2006,5:70-71

HPLC 法测定雷公藤内酯醇生物贴中雷公藤内酯醇

林 绥*,邓思珊,阙慧卿,钱丽萍,郭舜民,齐 一萍
(福建省医学科学研究所,福建 福州 350001)

摘 要:目的 建立雷公藤内酯醇生物贴的质量标准,雷公藤内酯醇生物贴中雷公藤内酯醇的定量测定方法。方法 雷公藤内酯醇生物贴经甲醇超声提取。色谱柱为 Agilent Zorbax SB-C_{18} 色谱柱(250 mm×4.6 mm,5 μm),流动相为乙腈-水(3∶7),检测波长为 220 nm。结果 雷公藤内酯醇在 5~120 μg/mL 线性关系良好(r=0.9981)。平均回收率 96.5%(n=9)。RSD<3%。结论 本方法重现性好,灵敏度高。

关键词:雷公藤内酯醇生物贴;雷公藤内酯醇;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(2010)09-1478-03

* 收稿日期:2009-12-12
基金项目:福建省科技计划重点项目(2008Y0083);福建省科技重大专项(2009YZ0001-1-3)
*通讯作者 林 绥(1961—),研究员,主要从事中药与天然药物化学的研究。
Tel:13605948318 E-mail:linsui_syy@sina.com.cn