

表 2, 图 1。

取妇科十味片 30 片, 去膜衣, 研匀, 称取 7.5 g, 精密称定, 置具塞烧杯中, 加水约 20 mL, 超声提取 30 min, 棉花滤过, 滤液置 10 mL 量瓶中, 用水定容至刻度, 摇匀, 取 1 mL, 8 000 r/min 离心 15 min, 上清液 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 滤液作为供试品溶液, 按照色谱条件进行测定, 结果见表 2。

表 2 不同中成药中寡糖测定结果

Table 2 Determination of oligosaccharide in different Chinese patent drugs

名称	批号	说明	棉子糖	甘露三	水苏糖
			/%	糖 %	/%
龙胆泻肝丸	9083006	水丸, 使用地黄	0.58	—	1.96
六味地黄丸	200903018	浓缩丸, 使用熟地黄	—	6.71	0.84
六味地黄丸	20082	大蜜丸, 使用熟地黄	—	2.68	0.86
六味地黄胶囊	080501	使用熟地黄	—	5.63	0.97
妇科十味片	081101	使用熟地黄	0.09	0.16	—

由不同中成药中生地黄或熟地黄中地黄寡糖测定结果可知, 中国药典规定的处方中的地黄药材、熟地黄药材测定结果均与生地黄药材、熟地黄药材测定结果有很大相关性。

3 讨论

由熟地黄测定结果可以看出, 产地不同其所含寡糖成分、量均不一样, 甘露三糖量低的或未检测到的熟地黄考察外观性状, 饮片中心不同程度的有黄心, 没有达到《中国药典》2010 年版一部熟地黄“性状”项目的要求, 所以熟地黄中寡糖成分的差异及量

差异可能主要由于炮制程度有关。

由生地黄测定结果可以看出, 产地不同其所含寡糖成分、量均不一样, 有的产地没有检测到甘露三糖。究竟什么导致了寡糖成分的差异, 鲜地黄炮制成生地黄时造成的, 还是生长环境造成的? 因此本课题组对超声提取和煎煮提取做了对比, 并对干燥条件做了考察, 发现在较高的温度和较长时间下, 水苏糖不稳定, 分解成甘露三糖和果糖; 所以亟待进一步深入研究造成不同产地生地黄所含寡糖成分的差异及量差异的真正原因。

《中国药典》2010 年版一部收载的大部分中药材测定项中供试品的制备采用甲醇等有机溶剂提取、纯化制备, 但是在中成药的制备中多采用水煎提取, 所以对此方法制备的中成药, 控制量有一定的难度。本课题组对含有生地黄药材、熟地黄药材的不同工艺制备的中成药及不同剂型进行了初步考察, 测定结果显示, 此检测方法简便、易行, 供试品的制备也较简单, 可以从药材、中间体、成品采用一套方法进行检测、控制。

参考文献:

- [1] 邱建国, 张汝学, 贾正平, 等. 地黄中寡糖含量 HPLC 法测定 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 15(8): 8-9
- [2] 邱建国, 贾正平, 张汝学, 等. 生地与熟地中糖类和梓醇的比较研究 [J]. 中草药, 2010, 41(7): 1117-1119
- [3] 张汝学, 樊俊杰, 贾正平, 等. 地黄中寡糖的提取分离工艺研究 [J]. 解放军药学学报, 2005, 21(1): 34-36

复方泽泻胶囊中葛根素和总黄酮的测定

林 绥^{*}, 阙慧卿, 钱丽萍, 邓思珊

(福建省医学科学研究院, 福建 福州 350001)

摘要: 目的 采用 HPLC 法建立复方泽泻胶囊中葛根素和总黄酮的测定方法。方法 葛根素测定的色谱条件为 Lcromasil C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(40:60); 检测波长: 254 nm; 体积流量: 1 mL/min; 进样量: 20 μL, 柱温: 室温。总黄酮采用紫外可见分光光度计在 360 nm 处测定。结果 葛根素在 2.032~65 μg/mL 线性关系良好, 平均回收率为 97.9%, RSD 为 1.98%。总黄酮在 0~27.50 μg/mL 线性关系良好, 平均回收率为 97.1%, RSD 为 2.98%。结论 本方法重现性好, 灵敏度高, 可用于制剂的质量控制。

关键词: 复方泽泻胶囊; 葛根素; 总黄酮; 高效液相色谱; 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(2010)12-2000-03

复方泽泻胶囊以泽泻和葛根为君药, 本课题组以之对动物脂肪肝进行治疗作用的研究, 尤其是酒

精性脂肪肝的疗效显著。葛根总黄酮用于解表^[1], 具有很强的抗酒精所致的中枢抑制作用^[2], 葛根素

具有抗急性肝损伤的作用,具有清除氧自由基和抗脂质过氧化的作用而减轻脂质过氧化对肝细胞的损害,能改善肝脏脂代谢作用,改善肝细胞的能量代谢^[3,4]。因此本实验选择葛根素和总黄酮作为复方泽泻胶囊质控指标,进行了测定。

1 仪器与试剂

美国 HP 1100 型高效液相色谱仪。葛根素(批号 0752-9907)、芦丁(批号 0080-9705)对照品购自中国药品生物制品检定所,甲醇、乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为双蒸水。复方泽泻胶囊为本所研制。

2 方法与结果

2.1 葛根素的 HPLC 法测定

2.1.1 色谱条件: Lchromasil C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(40:60); 检测波长: 254 nm; 体积流量: 1 mL/min; 进样量: 20 μL, 柱温: 室温。

2.1.2 对照品溶液的制备: 精密称取 3.9 mg 干燥至恒重的葛根素对照品, 置 15 mL 量瓶中, 用 50% 甲醇溶液定容, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.1.3 供试品溶液的制备: 精密称取胶囊内容物 0.5 g 于干燥的烧杯中, 用 60% 乙醇溶液 40 mL 完全溶解, 拌在 30 g 聚酰胺上, 水浴挥干溶剂, 将拌有样品的聚酰胺置于漏斗上, 用 100 mL 三氯甲烷洗脱, 洗脱液弃去, 拌有样品的聚酰胺装于 30 cm 色谱柱内, 用甲醇 350 mL 洗脱, 收集甲醇洗脱液, 回收甲醇, 残渣用甲醇定容至 50 mL, 用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 作为供试品溶液, 备用。

2.1.4 线性关系考察: 精密量取 2.5 mL 葛根素对照品溶液于 10 mL 量瓶中, 用 50% 甲醇溶液定容; 精密量取 5 mL 于 10 mL 量瓶中, 用 50% 甲醇溶液定容, 依次制备对照品溶液。精密进样 20 μL, 按上述色谱条件测定其峰面积, 以峰面积为纵坐标, 质量浓度为横坐标, 计算线性回归方程, 绘制标准曲线 $A = 73.66 + 207.78 C$, $r = 0.9999$, 结果表明葛根素在 2.032~65 μg/mL 线性关系良好。

2.1.5 精密度试验: 取 20 μg/mL 葛根素对照品溶液, 在上述色谱条件下重复进样 6 次, 测定峰面积, 结果其 RSD 为 1.93%。

2.1.6 稳定性试验: 取复方泽泻胶囊(批号 20080818)制成供试品溶液, 在 0、4、8、12、16、20、24 h 进行葛根素质量分数的测定, 结果放置 24 h 葛根素未发生明显改变, 质量分数的 RSD 为 1.98%。

2.1.7 重现性试验: 取复方泽泻胶囊(批号

20080818) 6 份, 制成各供试品溶液, 进行分析测定, 结果葛根素质量分数的 RSD 为 2.98%。

2.1.8 加样回收率试验: 取批号 20080818 复方泽泻胶囊 9 份, 每份 0.5 g, 精密称定, 每份加入葛根素对照品 0.225 mg, 按供试品溶液的制备方法进行处理和测定, 计算回收率, 结果平均回收率为 97.9%, RSD 为 1.98%。

2.1.9 样品测定: 分别对 6 批复方泽泻胶囊, 按上述测定方法进行测定, 根据回归方程计算样品的葛根素质量分数, 结果见表 1。

2.2 复方泽泻胶囊中总黄酮的测定

2.2.1 对照品溶液的制备: 精密称取干燥至恒重的芦丁对照品 27.5 mg 于 50 mL 量瓶中, 用甲醇定容, 得 0.55 mg/mL 对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备: 同测定葛根素的供试品溶液的制备方法操作。

2.2.3 线性关系考察: 精密吸取 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 芦丁对照品溶液分别置于 6 个干燥的 10 mL 量瓶中, 甲醇定容后, 用紫外可见分光光度计在 360 nm 处测定吸光值, 计算得回归方程 $A = 0.0154C - 0.0007$, $R^2 = 0.9999$, 结果表明在 0~27.50 μg/mL 线性关系良好。

2.2.4 精密度试验: 取 200 μg/mL 芦丁对照品溶液, 重复进样 6 次, 测定其吸光度值, 计算得其 RSD 为 2.33%。

2.2.5 稳定性试验: 取复方泽泻胶囊(批号 20080818)制成供试品溶液, 在 0、4、8、12、16、20、24 h 进行总黄酮的测定, 结果放置 24 h 时总黄酮质量分数均未发生明显改变, RSD 为 2.58%。

2.2.6 重现性试验: 取复方泽泻胶囊(批号 20080818)平行 6 份, 制成供试品溶液, 进行分析测定, 结果总黄酮质量分数的 RSD 为 2.28%。

2.2.7 加样回收率试验: 取批号 20080818 复方泽泻胶囊 9 份, 每份 0.5 g, 精密称定, 加入一定量的芦丁对照品, 按供试品溶液的制备方法进行处理和测定, 计算回收率, 结果平均回收率为 97.1%, RSD 为 2.98%。

2.2.8 样品测定: 分别对 6 批复方泽泻胶囊, 按上述方法进行测定, 根据标准曲线计算总黄酮的质量分数, 结果见表 1。

3 讨论

本实验采用 HPLC 法测定了复方泽泻胶囊中葛根素, 并采用紫外分光光度法测定了其中的总黄酮, 结果表明重现性良好, 适合作为本制剂的质量控制方法。

表 1 复方泽泻胶囊中有效成分的测定结果

Table 1 Determination of active components in Compound Zexie Capsula

批号	葛根素/(mg·g ⁻¹)	总黄酮/(mg·g ⁻¹)
20080818	0.359 6	2.501
20090303	0.353 6	2.480
20090328	0.367 1	2.513
20090403	0.355 6	2.496
20090418	0.364 8	2.508
20090508	0.356 3	2.603

参考文献:

- [1] 刘娜, 张贵君, 金哲雄, 等. 葛根解表药效组分分析[J]. 现代药物与临床, 2009, 24(5): 294-296
- [2] 潘洪批. 葛根素总黄酮具有较强的对抗啤酒所致的中枢抑制作用[J]. 广西医学, 2003, 25(10): 1941-1944
- [3] 彭景华, 崔团, 冯琴. 葛根及其主要异黄酮成分分解药理学研究进展[J]. 中草药, 2009, 40(增刊): 66-69
- [4] 齐东海, 高立华, 刘广利. 葛根的药理保健功能及开发利用[J]. 中国食物与营养, 2006, 1(1): 39-42

高效液相色谱法测定菊明降压丸中蒙花苷

卢海霞, 乔艳玲, 梁春华, 陈天焱

(吉林省食品药品检验所, 吉林 长春 130033)

摘要:目的 采用 HPLC 法测定菊明降压丸中蒙花苷。方法 色谱条件为 Phenomenex C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇 4 3% 冰醋酸(52: 48); 体积流量: 1 mL/min; 检测波长: 334 nm; 柱温: 30 °C。结果 蒙花苷的线性范围为 24.008~384.134 ng (r=1), 平均回收率为 104%, RSD 为 1.4%。结论 本法专属性、重复性好, 可用于菊明降压丸的质量控制。

关键词: 菊明降压丸; 蒙花苷; 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(2010)12-2002-02

菊明降压丸由野菊花、决明子组成, 用于高血压及其引起的头痛、目眩。野菊花为方中君药, 与本品功能主治密切相关, 蒙花苷为其活性成分^[1,2]。本实验采用反相高效液相色谱法测定蒙花苷, 以蒙花苷作为指标性成分, 控制本制剂的内在质量, 方法易于操作, 结果准确, 重现性良好, 可用于该制剂质量的控制。

1 仪器与试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪, 蒙花苷对照品(批号 111528-200605)由中国药品生物制品检验所提供; 甲醇为色谱纯, 水为纯化水, 其他试剂均为分析纯。菊明降压丸由盘锦恒昌隆药业提供, 规格为 6 g/袋。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[1]: Phenomenex C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇 4 3% 冰醋酸(52: 48); 体积流量: 1 mL/min; 检测波长: 334 nm; 柱温: 30 °C。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备: 精密称取蒙花苷适量, 加甲醇制成 25 μg/mL 的溶液, 即得。

2.2.2 供试品溶液的制备: 取本品适量, 研细, 精密称取 0.15 g, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇适量, 超声 1 h, 放置过夜, 稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.3 阴性对照溶液的制备: 按本品的处方、制法制备缺少野菊花的模拟样品, 按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

2.3 空白试验: 取对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液分别注入液相色谱仪, 测定, 结果对照品溶液中相应峰在供试品溶液中出现, 而阴性对照液不干扰, 见图 1。

2.4 标准曲线的制备: 精密称取蒙花苷对照品适量, 加甲醇制成 24.008~384.134 μg/mL 的溶液, 分别精密吸取 1、4、7、10、13、16 μL 测定, 以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程, 回归方程为 $Y = 2171.147X + 2957.5$ (r=1), 结果表明蒙花苷在 24.008~384.134 ng 线性关系良好。

2.5 精密度试验: 精密吸取供试品溶液(批号 070702) 10 μL, 注入液相色谱仪, 重复 6 次, 测定蒙花苷色谱峰面积值, 计算其 RSD 为 0.22%。

2.6 稳定性试验: 精密吸取供试品溶液(批号 070702), 分别于 0、4、8、12、24 h 测定蒙花苷峰面积, 结果其 RSD 为 0.43%, 表明供试品溶液在制备后 24 h 内较稳定。

2.7 重现性试验: 取同一批样品(批号 070702) 6