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解酒药理研究进展[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 C_{18} 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 ℃。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 C_{18} 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 ℃。

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甲醇制成 24.008 4 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=2 171.147 X+2 957 5(r=1), 结果表明蒙花苷在 24.008~384.134 ng 线性关系良好。

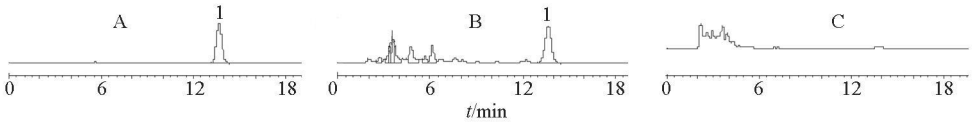
2.5 精密度试验: 精密吸取供试品溶液(批号 070702) 10 μL, 注入液相色谱仪, 重复 6 次, 测定蒙花苷色谱峰面积值, 计算其 RSD 为 0.22%。

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

收稿日期: 2010-06-17

作者简介: 卢海霞(1975—), 女, 吉林省吉林市人, 主管药师, 从事药物分析工作。E-mail: lucydexx@yahoo.com.cn



1-蒙花苷

1-buddleoside

图 1 对照品(A)、样品(B)和阴性溶液(C)的 HPLC 图谱

Fig 1 HPLC Chromatograms of reference substance (A), sample (B), and negative sample solution (C)

份, 制备供试品溶液, 进样测定, 计算蒙花苷的平均质量分数为 8.1 mg/g, RSD 为 0.94%。

2.8 回收率试验: 取样品(批号 070702)约 0.075 g, 共 6 份, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 每份精密加入 100.035 μg/mL 蒙花苷对照品溶液 5 mL, 制备供试品溶液, 进样测定, 计算得蒙花苷平均回收率为 104%, RSD 为 1.4%。

2.9 样品测定: 取 4 批样品制备供试品溶液, 每批 2 份。分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 采用外标法计算蒙花苷的质量分数, 结果见表 1。

3 讨论

本品供试品溶液曾采用加热回流提取和超声提取两种提取方法进行试验, 加热回流提取和超声提取的结果基本一致, 因此采用超声提取的方法来制备供试品溶液。

表 1 菊明降压丸中蒙花苷的测定结果

Table 1 Determination of buddleoside in Juming Jiangya Pills

批号	蒙花苷/(mg·g^{-1})
051101	15.4
070601	12.2
070701	12.0
070702	8.1

由于原标准中没有对野菊花进行控制, 所以导致所测样品的结果差异较大。因此在标准中增加测定项, 更好控制药品质量是非常必要的。

参考文献:

[1] 中国药典[S]. 一部. 2005.

[2] 付辉政, 万凯化, 刘兰祥. RP-HPLC 法测定复方柳菊片中蒙花苷[J]. 中草药, 2008, 39(2): 222-223.

高效液相色谱法测定灵芝饮片中腺苷

徐 颖, 王 斌

(杭州市红十字会医院, 浙江 杭州 310003)

摘 要: 目的 建立灵芝饮片中腺苷的 HPLC 测定方法, 用以控制该饮片的质量。方法 C_{18} 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.04 mol/L 磷酸二氢钾溶液(5∶95, 调节 pH 6.5); 体积流量: 1.0 mL/min; 柱温: 30 ℃; 检测波长: 260 nm。结果 腺苷在 0.634~3.170 μg 线性关系良好; 平均加样回收率为 101.45%。结论 该方法可用于灵芝饮片的质量控制。

关键词: 灵芝饮片; 腺苷; 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)12-2003-02

灵芝俗称灵芝草, 属于担子菌纲多孔菌科灵芝属真菌。该属约有 100 种[1], 常用中药灵芝为赤芝 *Ganoderma lucidum* (Leyss. ex Fr.) Karst. 或紫芝 *G. sinense* Zhao, Xu et Zhang 的干燥子实体。灵芝作为中药使用始载于《神农本草经》, 被认为能益心气、安精魂、补肝益气、坚筋骨, 列为上品。《本草纲目》认为灵芝有滋补强壮、延年益寿、利关节、治耳聋等功效。灵芝化学成分复杂, 具有多种药理作用[2-5]。目前认为灵芝中具有生物活性的物质主要有多糖类、三萜类和核苷类以及生物碱、微量元素等。灵芝饮片的质量控制标准缺失, 市场上灵芝的质量参差不齐, 因此对灵芝饮片中的活性物质定量

收稿日期: 2010-05-09

作者简介: 徐 颖(1964—), 女, 山东人, 副主任中药师, 主要从事中药炮制的研究。

Tel: (0571) 56109873 E-mail: xuying_ot@sina.com