

( $\mu\text{g}$ )为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为:  
 $Y = 88.6585X - 12.9146, r = 0.9999 (n = 5)$  结果表明黄芩苷在 13.25 ~ 106  $\mu\text{g}$  范围内呈线性关系。

**2.5 精密度试验** 精密吸取对照品溶液 10  $\mu\text{L}$ , 注入液相色谱仪,按上述色谱条件试验,重复测定 5 次,黄芩苷峰面积积分值的  $RSD$  为 0.47%。

**2.6 稳定性试验** 取供试品溶液(批号 980905), 在 0, 0.5, 1, 2, 4, 24h 分别进样 10  $\mu\text{L}$ , 记录峰面积, 结果 6 次进样黄芩苷峰面积积分值  $RSD$  为 0.98%, 表明供试品溶液较稳定。

**2.7 重复性试验** 取同一批样品(980905)5 份, 分别按供试品测定法测定,测得 5 次结果为:黄芩苷平均含量 = 27.82  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ,  $RSD = 1.05\%$ 。

**2.8 加样回收率试验** 取已知含量的供试品约 0.05g, 精密加入黄芩苷对照品溶液适量,按“供试品溶液的制备”项下操作,计算回收率,测得黄芩苷的平均回收率为 100.64% ( $RSD = 1.69\%$ ), 结果见表 1。

表 1 加样回收率测定结果

称样量 (g)	相当黄芩苷量 (mg)	加入黄芩苷量 (mg)	测得黄芩苷量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)
0.0568	1.5802	1.5900	3.1514	98.82	
0.0673	1.8723	1.5900	3.4626	100.02	
0.0557	1.5496	1.5900	3.1927	103.34	100.64
0.0466	1.2964	1.5900	2.8861	99.98	$RSD =$
0.0555	1.5440	1.5900	3.1502	101.02	1.69%

**2.9 供试品的测定** 精密吸取对照品溶液、供试品溶液各 10  $\mu\text{L}$ , 按上述色谱条件测定,以外标法计算

供试品中黄芩苷的含量,共测定 3 批供试品,结果见表 2。

表 2 供试品测定结果 ( $n = 3$ )

批号	供试品含量 ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )
980706	27.53
980809	27.13
980905	27.82

**3 讨论**

**3.1** 采用本方法测定消炎颗粒中黄芩苷含量具有简便,重复性好,测量精密度高的优点。从测量结果可以看出,消炎颗粒中黄芩苷含量为 27.49  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 作为消炎颗粒质量控制指标,黄芩苷的含量应不低于 20  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$  为宜。

**3.2** 文献报道<sup>[1]</sup> 黄芩苷在 242nm、310nm、271nm 处有最大吸收,笔者采用 310nm 测定,黄芩苷峰型不佳,和其它杂质峰难以分离。采用 280nm 为黄芩苷的检测波长,得到了满意分离。

**3.3** 文献报道<sup>[2]</sup> 用高效液相法测定黄芩苷含量选用甲醇-3%醋酸(37:63), 0.2  $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  磷酸缓冲液-乙腈(76:24)为流动相,笔者采用甲醇-0.2%磷酸(60:40)为流动相,分离效果理想。

**参考文献:**

[1] 国家医药管理局中草药情报中心站编. 植物药有效成分手册 [M]. 北京:人民卫生出版社.  
 [2] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究 [M]. 北京:中国医药科技出版社, 111.

收稿日期:2003-03-31

**HPLC 对人血浆中葛根素及葛根黄酮的线性考察**

郭建平<sup>1</sup>, 李国栋<sup>2</sup>, 赵彤英<sup>3</sup>, 范伟<sup>2</sup> (1. 中国人民解放军第 272 医院, 天津 300020; 2. 第二军医大学药学院, 上海 200433; 3. 北京军区药检所, 北京 100071)

**摘要 目的:**对葛根素及葛根黄酮进行人血浆的线性考察,据此检测葛根素、葛根黄酮及其制剂人体内的药动学行为。**方法:**用高效液相色谱法考察,色谱条件:流速 = 1  $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ;柱温:20  $^{\circ}\text{C}$ ;检测波长:250nm;进样量 50  $\mu\text{L}$ ;流动相:甲醇:水 = 25:75。**结果:**葛根素  $R = 6.56$ , 精密度试验  $RSD \leq 5.02\%$ , 平均回收率 = (100.9  $\pm$  0.5)%, 葛根素及葛根黄酮血浆测定的线性范围 0.0295 ~ 0.708  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。**结论:**用高效液相色谱法可作为葛根素、葛根黄酮及制剂人体内药动学的检测手段,为检测葛根黄酮及制剂人体内的药动学行为提供了方法。

**关键词** 高效液相色谱; 葛根素; 葛根黄酮

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)04-0219-03

## Linear determination of puerarin and isoflavones in *Radix Puerariae* in Plasma

GUO Jian-ping<sup>1</sup>, LI Guo-dong<sup>2</sup>, ZHAO Tong-ying<sup>3</sup>, FAN Wei<sup>2</sup> (1. 272 Hospital of PLA, Tianjin 300020, China; 2. The Pharmaceutical Department, Second Military Medical University, Shanghai 200433, China; 3. Institute for Drug Control, Beijing Military Command, Beijing 100071, China)

**ABSTRACT OBJECTIVE:** To study the pharmacokinetics behavior of puerarin, isoflavones and its Products in human body, make the determination of puerarin and isoflavones in *Radix Puerariae*. **METHODS:** Carry out the determination by HPLC. The chromatographic condition: the flow rate was  $1\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ . The temperature of the column was  $20^\circ\text{C}$ ; the detection wavelength was at  $250\text{ nm}$ . The mobile phase was consisted of methanol-water (25:75). **RESULTS:**  $R=6.56$   $RSD \leq 5.02\%$ . The average recoveries:  $(100.9 \pm 0.5)\%$ , Linear range is  $0.0295 \sim 0.708 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$  for puerarin and isoflavones in human plasma. **CONCLUSIONS:** Pharmacokinetics of Puerarin and isoflavones in human plasma could be determined by HPLC, supplying the method for examining isoflavones in *Radix Puerariae* in human body.

**KEY WORDS** HPLC; puerarin; isoflavones

研究葛根素、葛根黄酮及其制剂在生物体内的行为,为葛根素黄酮制剂及以葛根为主要成分的中成药的剂型设计提供科学依据。本实验进行了HPLC对人血浆中葛根素的线性考察,为葛根黄酮制剂人体内药动学的测定提供了方法。

### 1 实验材料

**1.1 仪器与色谱条件** BECKMAN液相色谱仪,附UVDET166紫外检测器,AI406泵;BECKMAN Microfuge ETM离心机;分离柱:Turner Kromasil— $C_{18}$  ( $5\mu\text{m}$ ): $4.6\text{ mm} \times 250\text{ mm}$ ;流速: $1\text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ;柱温: $20^\circ\text{C}$ ;检测波长: $250\text{ nm}$ ;进样 $50\mu\text{L}$ ;流动相:甲醇:水=25:75;CFS—250C超声波发生器<sup>[1]</sup>。

**1.2 药品与试剂** 葛根素对照品(中国药品生物制品检定所);葛根黄酮自提(含葛根黄酮60%以上);葛根黄酮胶囊(EC/PEG)自制;流动相用水为重蒸馏水;甲醇为分析纯;实验用血浆为取自正常人血浆。

### 2 方法与结果

**2.1 葛根素标准液及葛根黄酮液的制备** 精密称取葛根素标准品 $5\text{ mg}$ 于 $25\text{ mL}$ 容量瓶中,以甲醇-水(25:75)稀释至刻度,摇匀,作为标准贮备液,再分别精密量取该贮备液 $0.025$ 、 $0.10$ 、 $0.15$ 、 $0.40$ 、 $0.60\text{ mL}$ 于 $10\text{ mL}$ 量瓶中,稀释成 $0.5$ 、 $2.0$ 、 $3.0$ 、 $4.0$ 、 $6.0$ 、 $8.0$ 、 $10.0$ 、 $12.0\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准液<sup>[2]</sup>。

精密称取葛根黄酮提取物 $5.0\text{ mg}$ 于 $25\text{ mL}$ 容量瓶中,以甲醇-水(25:75)稀释定容成葛根黄酮贮备液,再精密量取该贮备液 $1\text{ mL}$ 于 $10\text{ mL}$ 量瓶中,稀释定容,即为葛根黄酮液。

**2.2 含葛根素的血浆标准液及含葛根黄酮的血浆液的制备** 分别精密量取正常人血浆 $0.45\text{ mL}$ ,再分

别加入上述葛根素的标准液 $50\mu\text{L}$ ,在旋涡混合器上振荡 $0.5\text{ min}$ ,再加入蛋白沉淀剂 $0.5\text{ mL}$ ,旋涡混合 $2\text{ min}$ ,离心( $3000\text{ r/min}$ ) $5\text{ min}$ ,取上清液进样。

精取上述葛根黄酮液 $50\mu\text{L}$ ,加入 $0.45\text{ mL}$ 血浆中,旋涡混合 $0.5\text{ min}$ ,加入蛋白沉淀剂 $0.5\text{ mL}$ ,旋涡混合 $2\text{ min}$ 离心( $3000\text{ r/min}$ ) $5\text{ min}$ ,取上清液进样。

取 $0.45\text{ mL}$ 血浆,加入 $50\mu\text{L}$ 甲醇-水(25:75)的稀释剂,以下操作同上,离心得上清液为空白血浆<sup>[3]</sup>。

**2.3 色谱图** 分别取葛根素标准液,葛根黄酮液,空白血浆,含葛根素的血浆标准液及含葛根黄酮的血浆液各 $50\mu\text{L}$ ,注入HPLC仪,得色谱图,可见血浆中其他成分及葛根素分离良好,方法可行。

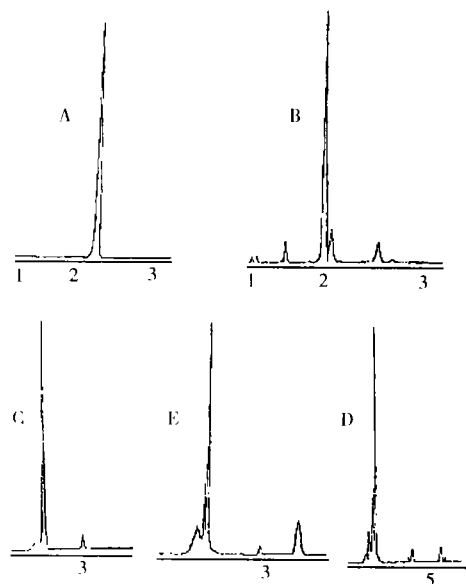


图1 HPLC 色谱图

A. 葛根素标准液; B. 葛根黄酮液; C. 空白血浆;  
D. 含葛根素的血浆标准液; E. 含葛根黄酮的血浆液

**2.4 葛根素标准曲线** 分别取含葛根素的血浆标准液各 50 $\mu\text{L}$ , 注入 HPLC, 检测峰面积, 见表 1。

表 1 血浆中葛根素的浓度与峰面积 ( $n=6$ )

浓度 ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	峰面积
0.029	400
0.118	1 620
0.177	2 480
0.472	6 390
0.705 8	9 210

以葛根素浓度 (C) 对峰面积 (Y) 进行回归分析得回归方程  $Y = 13\,043.1C + 102.37$  ( $r = 0.999\,6$ )。

表 2 人血浆中葛根素精密度试验结果 ( $n=6, \bar{x} \pm s$ )

	加入量 ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	测得量 ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	RSD (%)
日内	0.2	0.21 $\pm$ 0.01	5.02
	0.4	0.40 $\pm$ 0.02	4.91
	0.6	0.60 $\pm$ 0.02	3.81
日间	0.2	0.19 $\pm$ 0.01	2.74
	0.4	0.39 $\pm$ 0.01	1.93
	0.6	0.58 $\pm$ 0.01	2.17

**2.5 精密度试验** 配制浓度为 4 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 8 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 12 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$  的葛根素血清样品, 按血样处理项下操作, 计算日内及日间差 RSD<sup>[4]</sup>。精密度试验结果见表 2。

## 2.6 回收率实验

表 3 人血浆中葛根素的回收率 ( $n=6, \bar{x} \pm s$ )

加入量 ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	测得量 ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	回收率 (%)	平均回收率 (%)
0.8	0.80 $\pm$ 0.01	100.9	
1.0	1.00 $\pm$ 0.05	100.4	100.9 $\pm$ 0.5
1.2	1.21 $\pm$ 0.01	101.3	

## 3 讨论

本文通过 HPLC 对血浆中葛根素及葛根黄酮的线性考察、方法学研究, 探讨出人血浆中葛根素测定的线性范围: 0.029 5 ~ 0.708 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 为葛根黄酮及制剂的体内动力学试验奠定了基础。

### 参考文献:

- [1] 甄录旭, 朱成举, 吴海林, 等. HPLC 法测定愈风宁心胶囊中葛根素的含量[J]. 安徽医药, 2001, 5(2): 143.
- [2] 何维翔, 冯雪梅, 沙明. HPLC 法测定心泰颗粒剂中葛根素的含量[J]. 中草药, 2001, 32(5): 418.
- [3] 张志荣, 游学均, 何勤, 等. HPLC 测定血浆中葛根素[J]. 中国药理学杂志, 1997, 32(2): 104.
- [4] 李光慧, 李虹, 侯晓明等. HPLC 测定御感袋泡茶中葛根素和黄芩苷的含量[J]. 中国药理学杂志, 1996, 31(11): 680.

收稿日期: 2002-02-15

## 独一味药材三种不同粒度粉末的质量比较研究

王旭明, 赵昕, 王锦 (沈阳军区联勤部药品检验所, 辽宁 沈阳 110026)

**摘要** 目的: 研究独一味超微细粉有效成分的溶出特性。方法: 对独一味药材进行细胞级超微粉碎, 用薄层色谱法、重量法、分光光度法对其所含成分溶出特性进行评价。结果: 超微细粉与粗粉、细粉相比其成分能更有效溶出。结论: 独一味经超微粉碎后, 有效成分溶出明显增快, 由此可简化药材提取过程。

**关键词** 超微粉碎; 独一味; 溶出速率

中图分类号: R931.5 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2003)04-0221-04

## Comparative investigation in the quality of three different size of powder in *Lamiophlomis Rotata*

WANG Xu-ming, ZHAO Xin, WANG Jing (Institute for Drug and Instrument Control of Shenyang Military Region of PLA, Shenyang 110026, China)

**ABSTRACT OBJECTIVE:** To study dissolution speciality of active substance of ultramicro-powder in *Lamiophlomis Rotata*. **METHODS:** Ultramicro-pulverization was applied to *Lamiophlomis Rotata*, to investigate dissolution speciality of active substance by TLC, gravimetric method and spectrophotometry. **RESULTS:** To be compared with coarse powder and fine powder, the active substance of ultramicro-powder can be extracted more efficiently. **CONCLUSION:** Ultramicro-pulverization was applied to *Lamiophlomis Rotata*, the active substance could be extracted faster, accordingly the extraction of Chinese herbal medicinen can be predigest.