

HPLC 法测定江南卷柏片中穗花杉双黄酮的含量

邓淑渊 余林中

(南方医科大学中医药学院,广东省广州市广州大道北1838号,510515)

摘要 目的:建立高效液相色谱法测定江南卷柏片中穗花杉双黄酮的含量。方法:C18柱(250mm×4.6mm,5 μ m);流动相:乙腈(A)-0.5%冰醋酸溶液(B),梯度洗脱;检测波长:338nm;流速:1ml/min。结果:穗花杉双黄酮在5.25~262.5 μ g/ml间,峰面积与其质量呈良好的线性关系,回归方程为 $A=62621C+39.79$, $r^2=1$;平均回收率为97.1%,RSD为1.9%。结论:该方法可以用来控制江南卷柏片的质量,方法简便、准确。

关键词 江南卷柏片;穗花杉双黄酮;HPLC法测定

Determination of Amentoflavone in Jiangnan Spikemoss Tablets with HPLC

Deng Shuyuan, Yu Linzhong

(College of TCM, Southern Medical University, Guangzhou 510515)

Abstract Objective: to establish a HPLC method to determine amentoflavone in Jiangnan Spikemoss Tablets. **Methods:** detective conditions are as follows: C18 Column (250mm×4.6mm, 5 μ m); mobile phase: ace(A) - 0.5% glacial acetic acid (B), gradient elution; detective wavelength: 338nm; flow rate: 1ml/min. **Results:** area of the peak showed a good linear relationship with content within the range of 5.25 ~ 262.5 μ g/ml, regression equation: $A=62621C+39.79$, $r^2=1$ with the average recovery rate being 97.1%, RSD=1.9%. **Conclusion:** the method is convenient and accurate for determination of amentoflavone in Jiangnan Spikemoss Tablets.

Key Words Jiangnan Spikemoss Tablets; Amentoflavone; HPLC determination

江南卷柏片又名白云山紫癜清,由江南卷柏单味药制成,具有清热凉血的功用,适用于血热妄行所致的皮下紫斑、原发性血小板减少性紫癜血热证候者。根据文献报道,江南卷柏的成分有黄酮类,异茴芹素, β -谷甾醇及酚类等^[1],其中穗花杉双黄酮在药材中的含量测定用HPLC法^[2-3]、HPCE法^[4],总黄酮用分光光度法^[5],对于制剂中的黄酮含量测定尚未见报道。

1 仪器与试剂

Agilent1100 高效液相色谱仪,DAD 检测器;乙腈(色谱纯),乙醇、醋酸(均为分析纯);对照品穗花杉双黄酮(中国药品生物制品检定所);江南卷柏片(060804,061012,070314)由广州白云山制药总厂提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: C18 柱(5 μ m 250mm×4.6mm);流动相: A:0.5%醋酸, B:乙腈,梯度洗脱;检测波长:338nm;流速:1ml/min。

2.2 溶液的制备: 对照品溶液的制备:穗花杉双黄酮适量,加乙醇超声溶解制成每1ml含0.05mg的溶液,即得。供试品溶液的制备:取本品10片,去衣,研细,精密称取2.0g加热水溶解,用乙醚提取3次×20ml,挥干乙醚,残渣加乙醇溶解至20ml,过0.45 μ m滤膜。

2.3 辅料的干扰实验: 取处方用辅料量,按上述方法处理,即得阴性对照溶液。进样20 μ l,记录色谱图。与对照、样品图相比,阴性对照对测定无干扰。

表1 梯度洗脱程序表

时间(min)	A(%)	B(%)
0	98	2
15	60	40
50	52	48
55	30	70
65	30	70
70	98	2

2.4 线性关系: 精密称取穗花杉双黄酮适量用乙醇超声溶解配成0.5mg/ml的溶液,精密吸取1ml分别置于100ml,50ml,25ml,10ml,2ml容量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。按测定方法进样20 μ l,以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,回归方程为 $Y=62621X+39.79$, $R^2=1$ 。穗花杉双黄酮浓度在5.25~262.5 μ g/ml范围内,呈良好的线性关系。

2.5 穗花杉双黄酮最低定量限: 取5.25 μ g/ml的溶液,进样0.5 μ l,观察主成分峰高度。计算当信噪比为10:1时穗花杉双黄酮最低进样量为0.66ng。

2.6 精密密度实验: 取供试品溶液,连续进样。计算峰面积的RSD为0.4%,表明精密密度良好。

2.7 溶液稳定性试验: 取同一供试品溶液,在放置0、2、4、6、8h分别进样,按外标法计算样品的穗花杉双黄酮含量,其含量RSD为0.4%。供试液在8h内基本稳定。

2.8 重复性实验: 取同一批号的样品,分别精密称取

表2 样品含量测定

批号	穗花杉双黄酮含量(mg/片)
060804	0.068
061020	0.067
070314	0.069

2g,共5份,依法测定穗花杉双黄酮的含量,RSD为0.9%,表明重复性良好。

2.9 回收率试验:供试品溶液的配制:精密称取已知含量的样品约1.5g,共6份,精密吸取0.2mg/ml的穗花杉双黄酮溶液1.0ml分别加入,按供试液的处理方法,制备溶液。分别量取20μl进样,计算含量。结果:平均回收率为97.1%,RSD为1.9%。

2.10 样品测定:取3批样品依法测定,测定结果见表2。

3 讨论

江南卷柏片的疗效确切,其样品中穗花杉双黄酮含量虽然较低,但含量是稳定的,所以我们选择穗花杉双黄酮作为指标成分测定,能够有效控制其质量。所建立的检测方法操作简便、重复性好,准确度较高。

参考文献

[1]于健东,胡军影,程显隆,等.卷柏属植物化学成分及药理研究进展.中国药事,2007(21):9.
 [2]李五洲,王建,蒋永红,等.高效液相法测定卷柏中的穗花杉双黄酮.日用化学工业,2004,4(34):121.
 [3]卢平华,谢培山,田润涛,等.江南卷柏及同属植物的HPLC指纹图谱鉴别及穗花杉双黄酮测定研究.中药新药与临床药理,2007,18(1):40-43.
 [4]戴忠,王刚力,马双成,等.HPCE法测定卷柏属植物中3种双黄酮类化合物的含量.药物分析杂志,2006,26(10):1408.
 [5]贺锋嘎,哈森其木格,肖田梅.光度法测定三种卷柏中总黄酮.理化检验-化学分册,2007(43):2:156.

(2008-04-03 收稿)

二陈汤治疗糖尿病性眩晕32例

王加瑞

(山东省淄博市临淄区齐都医院,255400)

关键词 眩晕,糖尿病性/中医药疗法;二陈汤

糖尿病性眩晕是糖尿病并发症之一,非肝阳亢盛所引起的眩晕。近年来在临床运用二陈汤加减治疗糖尿病性眩晕32例,疗效显著,现报道如下。

1 临床资料

本组32例病例均来自门诊系统治疗的患者,其中男15例,女17例,年龄在35~60岁之间,平均年龄47.2岁,糖尿病病程1~15年,眩晕病程3月~5年。

32例患者均符合1999年WHO糖尿病专家咨询委员会正式公布的糖尿病诊断标准,凡具有糖尿病症状(多尿、烦渴及无法用其他理由解释的体重减轻),并符合下列条件之一者,即可诊断为糖尿病。1)空腹血糖(FBG)≥7.0mmol/L;2)餐后2小时血糖≥11.1mmol/L;3)口服糖耐量试验(OGTT,75g葡萄糖)中2小时血糖≥11.1mmol/L。眩晕的临床表现为头晕目眩,体倦乏力,胸膈痞闷,咳吐白黏痰涎,怠惰嗜卧,甚者天旋地转,不敢睁眼,视物有飘动感,伴有恶心呕吐,耳鸣耳聋,头胀头痛,大便干或黏滞,小便黄,舌红苔黄厚而腻,脉滑,按之有力。

2 治疗方法

以上患者均进行饮食控制、运动疗法及药物降糖调脂的治疗,治疗前空腹血糖(8.21±1.6)mmol/L,餐后2小时血糖(11.31±2.55)mmol/L,HbA1c(7.5±1.8)%,治疗中应用二陈汤加减:橘红9g,法半夏12g,茯苓30g,生姜3片,乌梅10g,甘草6g,黄芩15g,桑叶15g,白术15g,野菊花10g,每日1剂,水煎500~600ml,分上下午温服,20天为1个疗程。

3 治疗结果

3.1 疗效评定标准:显效:治疗后空腹血糖≤7.2mmol/L,餐后

2小时血糖≤8.3mmol/L,或血糖下降超过治疗前的40%;HbA1c下降至6.2%,或下降超过治疗前30%;眩晕症状基本消失。有效:治疗后空腹血糖≤8.3mmol/L,餐后2小时血糖≤10.0mmol/L,或血糖较治疗前下降20%~40%,HbA1c下降超过治疗前10%~30%;眩晕症状明显改善或减轻。无效:治疗后血糖下降不超过10%,HbA1c无下降或下降未达到有效标准;眩晕症状无明显改善。

3.2 治疗结果:经治疗1个疗程后,32例患者显效12例,有效18例,无效2例,总有效率93.75%。

4 讨论

糖尿病属于中医消渴范畴,其病因病机多以阴虚燥热、气阴两虚为主。近年来,由于人们饮食结构及生活方式的改变,体重急剧增加,体重指数也随之明显增高,产生肥胖病;肥胖是导致糖尿病发生发展的又一重要因素,尤其是中心性肥胖是产生胰岛素抵抗的重要因素。正如朱丹溪说“肥白人多痰湿”,表明痰浊与肥胖的关系;胰岛素抵抗的病理过程即为“化失其正,则脏腑病,津液败,而血气即成痰涎”的痰浊形成过程,因此肥胖患者的基本病因病机可概括为过食肥甘厚味,运动过少而引起脾失健运。脾失健运,炼液成痰,痰为湿邪,湿性黏滞,阻络运行,导致心阳被遏,气血津液不能上薰于头目,故见头晕目眩,并伴有恶心、呕吐、耳鸣、大便干、苔黄厚腻、脉滑等一系列痰湿困脾症状。因此在治疗上以燥湿化痰、健脾和胃为主。方中半夏燥湿化痰、降逆和胃,橘红理气燥湿化痰,茯苓健脾渗湿补中,生姜降逆化痰,乌梅生津止渴,黄芩清肺化痰,桑叶、菊花清泄头目之热,白术配合茯苓加强健脾功效。

(2007-08-14 收稿)