

精取 5.0 mL, 甲醇定容至 10 mL, 按上述色谱条件, 分别进样 20, 15, 10, 5, 2.5  $\mu$ L, 由数据处理机计算各峰面积, 以峰面积与对照品浓度进行线性回归, 得回归方程:  $Y = 4.79 \times 10^{-5} X, r = 0.9999$

1.5.4 含量测定: 分别精密吸取样品液 20  $\mu$ L, 按上述色谱条件测定, 按外标二点法计算浓度

1.6 洗脱曲线的绘制: 根据 1.5.4 测定的结果计算出每 5 毫升洗脱液中延胡索乙素的含量, 绘制 3 种型号树脂的洗脱曲线, 见图 1

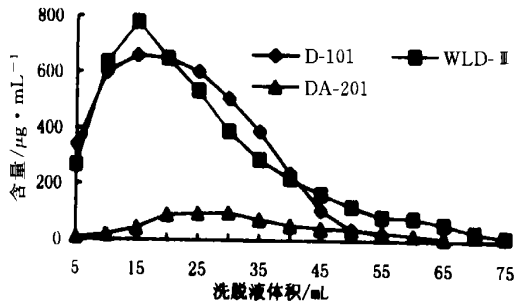


图 1 3 种型号树脂的洗脱曲线

## 2 结果

根据测定结果分别计算出从 3 种型号树脂上洗脱下来的延胡索乙素占总生药量, D-101 为 0.06%, WLD-III 为 0.072%, DA-201 为 0.053%。从洗脱曲线图上可以看出, D-101 和 WLD-III 洗脱

效果较好。不同之处是若洗脱下 0.06% 的延胡索乙素, D-101 型树脂用乙醇 75 mL, 而 WLD-III 型树脂用乙醇 55 mL, 再加乙醇可继续洗脱至 0.072%。因此, 两种树脂都可以参考, 以 WLD-III 为佳。吸附的生药量为树脂的 1 倍, 用两倍树脂量的 95% 乙醇能基本洗脱完全

## 3 讨论

3.1 本实验采用大孔吸附树脂吸附样品后, 先用 40% 乙醇洗脱是为了除去干扰成分, 便于 HPLC 测定, 结果分离度好且保护了色谱柱。但是, 40% 乙醇有可能洗脱下其它生物碱, 因此, 在实际生产中可根据需要对这一步骤进行取舍。

3.2 延胡索乙素在空气中不稳定, 易受阳光照射或温度的影响, 脱氢氧化为结构稳定的巴马汀<sup>[2]</sup>。在实验操作中应尽量避免受热。

3.3 经大孔吸附树脂提取分离的延胡索生物碱, 成品体积小, 相对含量高, 产品质量稳定, 具有良好的生理活性。

### 参考文献:

- [1] 原永芳, 李修禄, 柳正良, 等. 超临界流体萃取及高效液相色谱法分析延胡索中延胡索乙素的含量 [J]. 药学学报, 1996, 31(4): 282-286.
- [2] 周玲英, 吴晓. 薄层扫描测定调经止痛胶囊延胡索乙素含量 [J]. 中成药, 2000, 22(3): 194-195.

# HPLC法测定海洋胃药中胡椒碱的含量

戚宝婵<sup>1</sup>, 郭汉文<sup>1</sup>, 陈发奎<sup>2\*</sup>

(1. 辽宁省药品检验所, 辽宁 沈阳 110023; 2. 沈阳药科大学中药学院, 辽宁 沈阳 110016)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)01-0038-02

海洋胃药由海星、陈皮、黄芪、胡椒等 9 味中药组成, 为国家中药保护品种。中华人民共和国药典 2000 年版一部胡椒项下也有高效液相色谱法测定胡椒碱的含量, 但其采用内标法测定, 需加内标物, 不适合成方制剂。本文采用外标法测定海洋胃药中胡椒碱的含量, 操作简便、快速、重复性好, 为控制产品质量提供了依据。

## 1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, Class- $\nu$ p 色

谱工作站; 胡椒碱对照品购自中国药品生物制品检定所, 批号为 0775-9702, 纯度为 98.9%; 海洋胃药由大连海洋药业有限公司提供, 批号为 20000410

## 2 方法与结果

2.1 提取条件的选择: 以无水乙醇为提取溶剂, 采用超声提取, 并对不同提取时间的样品含量进行了考察, 根据考察结果确定超声时间为 40 min

2.2 供试品溶液的制备: 取本品 10 片, 除去包衣, 研细, 精密称取 0.6 g, 置 50 mL 棕色量瓶中, 加无水

\* 收稿日期: 2001-04-09

作者简介: 戚宝婵 (1963-), 女, 山东省济宁市人, 副主任药师, 1986 年毕业于沈阳药科大学, 主要从事中药检验及质量标准研究, 发表科研论文 8 篇。Tel: 024-25854645

乙醇 40 mL,超声处理 40 min,放冷,加无水乙醇至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,收集续滤液,即得。

2.3 色谱条件: 色谱柱为 Kromasil ODS 柱 (200 mm× 4.6 mm, 5 $\mu$  m),检测波长为 343 nm;流动相为甲醇-水 (62: 38),手动进样,进样量 20 $\mu$  L,流速 1 mL/min 在此条件下胡椒碱与其他成分达到基线分离

2.4 线性关系考察: 精密称取胡椒碱对照品 10.32 mg,置 100 mL棕色量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀;分别精密吸取上述溶液 0.50, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mL置 10 mL棕色量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀;按上述条件测定,以浓度为横坐标,峰面积值为纵坐标,绘制标准曲线,经计算回归方程为  $A = 6.47 \times 10^6 C - 38105.3$ ,  $r = 0.9993$ ,由此可见,胡椒碱在 0.1032~ 0.8256 $\mu$ g 范围内线性关系良好。

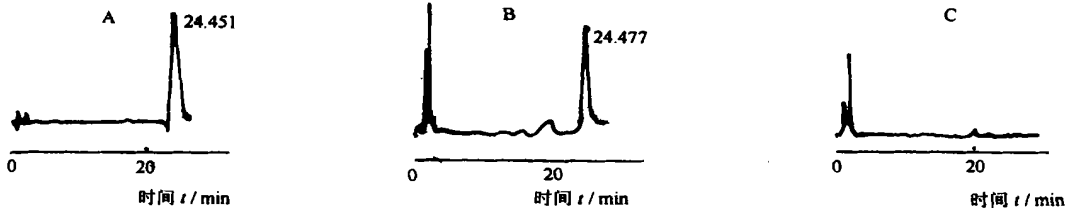
2.5 稳定性试验: 取供试品溶液按上述条件分别在 0, 1, 2, 3, 4 h进样, RSD 为 1.28%,结果表明,供试品溶液在 4 h内稳定

2.6 重复性试验: 取同一批号样品按含量测定方法重复测定 5次,其含量均值为 0.984 mg/g, RSD 为 1.06%。结果表明本方法重复性良好。

2.7 精密度考察: 取供试品溶液按上述条件连续进样 5次, RSD 为 1.73%,结果表明方法精密度良好。

2.8 回收率试验: 精密称取样品 (含量为 0.984 mg/g) 5份,每份为 0.3 g,分别精密加入对照品溶液 (浓度为 0.1032 mg/mL) 3.0 mL,按含量测定方法测定,计算回收率,平均回收率为 98.29%, RSD= 1.5% (n= 5)。

2.9 空白干扰试验: 按样品处方工艺制成不含胡椒的阴性对照液,用与样品相同的色谱条件测定,在与胡椒碱相同保留时间处无干扰峰,见图 1



A-对照品 B-样品 C-阴性

图 1 海洋胃药的 HPLC图

2.10 样品测定: 按含量测定方法共测定了 3批样品,每片含量分别为 0.400, 0.339, 0.300 mg

### 3 讨论

3.1 由于海洋胃药由 9种中药组成,干扰成分较多,为了使胡椒碱与其他成分达到有效的分离,我们通过反复调整流动相的比例,最终确定甲醇-水 (62: 38)为流动相,使胡椒碱与其他成分达到基线

分离。

3.2 胡椒碱见光不稳定,逐步分解变化,操作时应尽量避光,样品应保存在棕色瓶中,样品进样应在进样前吸取。

3.3 本方法简便、可靠,可作为含胡椒的其他制剂的含量测定的参考

## 影响红豆杉树皮中紫杉醇含量的若干因素

张 鸿<sup>1</sup>,杨明惠<sup>2\*</sup>

(1. 深圳大学科技研究院,广东 深圳 518060; 2. 云南大理师范高等专科学校,云南 大理)

中国分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)1-0039-03

天然来源的紫杉醇资源极为有限<sup>[1]</sup>,在工业生产中,针对宝贵的资源,何时采集,怎样保管仍急需

科学的方法 本文就采集季节、阳光照射、保管方式及存放时间等因素对原材料中紫杉醇含量的影响进

\* 收稿日期: 2001-05-31