

农药分离较好, 在 12 min 内就能完成分离。

有机氯农药净化多采用磺化法。曾采用在线提取法, 但存在样品提取液中加浓硫酸磺化时, 分层不明显的问题。经选用分液漏斗萃取后, 分层明显, 结果重现性好。

经对 5 批枳实原料及其提取物中分析, 发现除 α BHC、 β BHC、 γ BHC、 δ BHC、PP'DDT、PCNB 均未检出外, PP'DDE、PP'DDD、OP'DDT 有检出, 总 DDT 枳实原料中质量分数为 0.01~0.06 mg/kg, 枳实提取物中质量分数为 0.01~0.02 mg/kg。说明 DDT 对枳实原料有污染现象, 枳实原料虽经

工艺提取, 但其提取物中仍有少量残留。但无论枳实原料还是提取物中的残留量符合我国外经贸行业《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》中 DDT 小于 0.1 mg/kg 的要求。

References

- [1] Zheng H Z, Dong Z H, She J. *Modern Research Application of Traditional Chinese Medicine* (中药现代研究与应用) [M]. Beijing: Xueyuan Press, 1993.
- [2] *Standards of the People's Republic of China* (中华人民共和国国家标准) [S]. GB/T5009. 19-1996.
- [3] Wang H L, Cheng J M, Zhang S M. Study on determination of organochlorine pesticides residues by gas chromatography [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1998, 29(6): 381-383.

HPLC 法测定玉屏风口服液液中升麻苷的含量

刘素香¹, 万 军^{2*}

(1. 天津药物研究院 中药现代研究部, 天津 300193; 2. 天津达仁堂达二药业有限公司, 天津 300122)

玉屏风口服液收载于《中华人民共和国药典》2000 年版一部, 由黄芪、白术、防风组成, 具有益气, 固表, 止汗的功效, 用于表虚不固, 自汗恶风, 体虚易感风邪者。原标准中未建立含量测定项。防风解表祛风, 具有解热、镇痛, 提高机体免疫功能的作用, 升麻苷为其主要有效成分之一, 故本实验选择升麻苷作为控制本品质量的指标成分, 并采用 HPLC 法测定升麻苷含量, 建立了该产品的质量标准化定量控制方法, 结果该方法分离效果好, 灵敏, 准确。

1 仪器与试剂

Waters 液相色谱仪, M510 泵, RA NN 紫外检测器, 岛津 C-18 数据处理器。升麻苷对照品购自中国药品生物制品检定所 (批号: 1522-200202, 含量测定用)。乙腈为色谱纯, 去离子水, 甲醇、冰醋酸等均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Kromasil 不锈钢柱 (200 mm × 4.6 mm, 5 μ m) (天和色谱实验室填装); 流动相: 乙腈-水-醋酸 (13: 88: 0.03); 体积流量: 1.0 mL/min; 柱温: 室温; 检测波长: 291 nm。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取升麻苷对照品 5.24 mg, 置 50 mL 棕色量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品储备液。精密吸取对照品储备液 2 mL, 置 25 mL 棕色量瓶中, 加 70% 甲醇稀

释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品, 精密量取 2 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇约 45 mL, 超声 10 min, 放至室温, 加甲醇至刻度, 摇匀。取上清液滤过, 续滤液作为供试品溶液。

2.4 阴性供试品溶液的制备: 按处方制备缺防风样品, 照供试品溶液的制备处理, 制备阴性供试品溶液。

2.5 系统适应性试验: 在选定的条件下, 分别取供试品溶液、对照品溶液、阴性供试品溶液各 20 μ L, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。结果表明阴性供试品溶液在升麻苷色谱峰位置处无相应峰出现, 表明其他药味对含量测定无影响, 见图 1。理论板数按升麻苷峰计算应不低于 3000。

2.6 标准曲线的制备: 分别精密量取对照品储备液 (0.1048 mg/mL) 0.2、1.0、2.0、3.0、4.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。分别进样 20 μ L, 记录色谱图, 读取峰面积。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标回归, 计算得回归方程 $Y = 109273.6X - 541.1$, $r = 1.0000$ 。结果表明升麻苷在 0.04192~0.8384 μ g 与峰面积呈良好的线性关系。

2.7 精密度试验: 精密量取供试品溶液 20 μ L, 重复进样 6 次, 记录升麻苷峰面积值, 结果 RSD 为

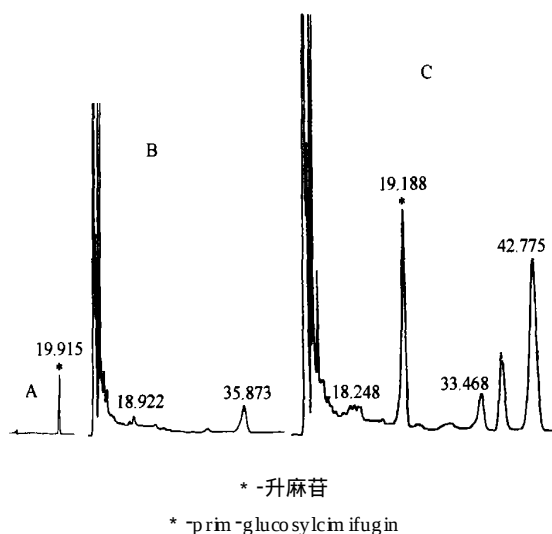


图 1 升麻苷对照品溶液(A)、缺防风的阴性对照(B)和玉屏风口服液(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of cimicifugoside reference substance (A), sample without Radix Saposhnikovia (B), and Yupingfeng Oral Solution (C)

备样品溶液。取对照品溶液和供试品溶液各 20 μL ，进样测定，结果见表 1。

表 1 玉屏风口服液中升麻苷的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Contents of cimicifugoside in Yupingfeng

Oral Solution ($n=3$)			
批号	升麻苷/($\text{mg} \cdot \text{支}^{-1}$)	批号	升麻苷/($\text{mg} \cdot \text{支}^{-1}$)
0803	2.194	1212	2.189
0804	2.191	1213	1.967
0805	2.193	1214	2.632
1210	1.706	1215	2.832
1211	1.843	1216	2.993

3 讨论

3.1 黄芪为本方的君药，黄芪甲苷为黄芪中主要成分之一。曾试图采用薄层扫描法进行测定，但其测定结果准确性差，重复性低，而采用 HPLC 法对其进行测定，由于黄芪甲苷紫外吸收在末端，对试剂要求较高，其他成分峰干扰严重，且在本品中含黄芪甲苷量微，可操作性差；升麻苷含量相对较高，故选择升麻苷作为控制本品质量的指标成分。

3.2 检测波长的确定：取升麻苷对照品溶液加流动相制成的对照品溶液 (0.01 mg/mL)，测紫外吸收光谱，结果在 291、213 nm 波长处有最大吸收。文献报道 230、243、251 nm 波长处肩峰。因此选择 (291 $\pm$ 1) nm 作为测定波长。

3.3 流动相的考察：比较了甲醇-水 (40 : 60)、乙腈-水 (15 : 85)、乙腈-0.05 mol/L 磷酸二氢钾 (15 : 8)、乙腈-水-醋酸 (12.5 : 90 : 0.03)、乙腈-水-醋酸 (13 : 88 : 0.03)。结果发现：流动相在相对弱酸条件下分离效果理想，保留时间适中，峰形较好。

3.4 提取溶剂的选择：分别采用乙醇、甲醇、50% 甲醇、水作为提取溶剂，结果发现用乙醇和甲醇提取的样品虽能去除较多杂质，但峰底较宽，峰形不理想；用 50% 甲醇和水作为提取溶剂的样品峰形高而尖，尤以水作溶剂的峰形更好，但口服液中含糖类较高，为了减轻色谱柱的负荷，故选择以 50% 甲醇作为提取溶剂。

《中草药》杂志被收录为中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊)

中国科学技术信息研究所经过多项学术指标综合评定及同行多位专家评议推荐，本刊被收录为国家科技部“中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊)”，并在 2004 年 3 月颁发证书。