

artemisinin and related analogues using high-performance liquid chromatography and an evaporative light scattering detector [J]. *J Chromatogr A*, 1999, 730(1): 71-80.

[5] Bunger H, Pison U. Quantitative analysis of pulmonary surfactant phospholipids by high-performance liquid chromatography and light scattering detection [J]. *J Chromatogr B*,

1995, 672(1): 25-31.

[6] Toussaint B, Duchateau A, Albert A, *et al.* Determination of enantiomers of 3-tert-butylamino-1, 2-propanediol by high-performance liquid chromatography coupled to evaporative light scattering detection [J]. *J Chromatogr A*, 2000, 890(2): 239-249.

## HPLC 法测定三九胃泰颗粒中九里香酮的含量

颜 杰<sup>1</sup>, 裴建梅<sup>2</sup>

(1. 深圳三九医药股份有限公司, 广东 深圳 518029; 2. 广东中南药业有限公司, 广东 深圳 518020)

三九胃泰颗粒主要用于上腹隐痛、饱胀、反酸、恶心、呕吐、纳减、心口嘈杂等胃病。“三九”的名字就起源于其中的两味主药：三叉苦、九里香。处方中的九里香具有理气止痛、温中助阳的作用<sup>[1]</sup>。现代药理研究证明九里香具有抗菌、消炎、解痉、局麻及增强免疫等功能<sup>[2]</sup>。但三九胃泰颗粒标准中没有含量测定项，亦没有九里香的鉴别，因此有必要建立方法对其进行控制。本实验以九里香中的九里香酮为指标，采用 HPLC 法进行测定，方法准确可靠、简便迅速，效果较好。

### 1 仪器与试药

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪、二极管阵列检测器；九里香酮对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 200101)；三九胃泰颗粒(规格: 20 g/袋, 三九医药股份有限公司)；甲醇(色谱纯, 中国医学科学院天津协和医学科技公司)；水为重蒸馏水。

### 2 方法与结果

2.1 检测波长的选择: 三维图谱上查看九里香酮对照品的紫外吸收, 在 210、242、266、337 nm 有最大吸收。本实验选择受流动相紫外吸收干扰小、吸收峰不尖锐的 337 nm 作为检测波长。

2.2 色谱条件: 色谱柱: ODS 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm)；流动相: 甲醇-水(55 : 45)；体积流量: 1.0 mL/min；检测波长: 337 nm；柱温: 30 ℃；进样量: 20 μL。色谱图见图 1。

2.3 对照品溶液的制备: 精密称取 105 ℃ 干燥至恒重的九里香酮对照品约 10 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加入适量甲醇, 振荡溶解, 再加甲醇至刻度, 摇匀, 备用。

2.4 供试品溶液的制备: 精密称取三九胃泰颗粒

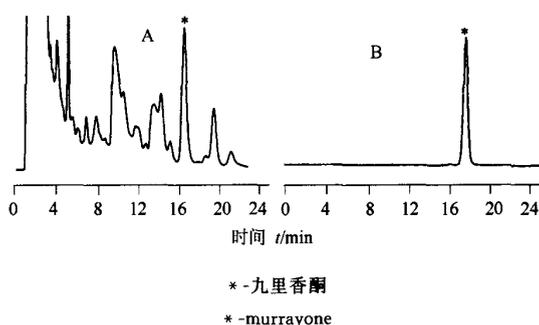


图 1 三九胃泰颗粒(A)和九里香酮对照品(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of Sanjiu Weitai Granule (A) and murrayone reference substance (B)

10 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加甲醇 100 mL, 称定质量, 超声处理 40 min, 放冷, 加甲醇补足损失质量, 滤过。精取续滤液 50 mL 置蒸发皿中, 水浴蒸至近干, 残渣用甲醇溶解, 移入 10 mL 量瓶, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.5 工作曲线的制备: 精密量取九里香酮对照品储备液 0.5、1、2、3、5 mL 分别置于 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 依前述色谱条件进行测定。以峰面积(Y)对进样量(X)进行线性回归, 得回归方程:  $Y = 1\ 166\ 624 X + 95\ 781$ ,  $r = 0.999\ 7$ 。结果表明九里香酮在 0.1~1.0 μg 与峰面积线性良好。

2.6 精密度的试验: 取批号为 0406112 的样品制备供试品溶液, 依前述色谱条件连续进样 5 次, 测定九里香酮峰面积, 计算得其 RSD 为 0.12%。

2.7 重现性试验: 取批号为 0406112 的样品, 平行取样 5 份, 分别制备供试品溶液, 进样测定, 计算得样品中九里香酮的平均质量分数为 0.048 3 mg/g,

收稿日期: 2004-08-13

作者简介: 颜 杰(1972-), 男, 山东曲阜人, 工程师, 硕士, 2000 年毕业于沈阳药科大学, 主要从事药品质量标准及中药现代化研究。  
Tel: (0755) 83360999-3135 E-mail: jiepei@999.com.cn

RSD 为 0.83%。

2.8 回收率试验:精密称取已知含量的样品(批号为 0406232) 5 g,精密加入 0.100 4 mg/mL 九里香酮对照品溶液 2.5 mL,挥干,制成供试品溶液,依法进行测定,并计算加样回收率,结果平均回收率为 99.2%,RSD 为 1.10% (n=5)。

2.9 样品的测定:依 2.4 方法测定 10 批样品,每批测定 3 次,结果见表 1。

### 3 讨论

3.1 在实验过程中,发现甲醇-水比例的微小变动对分离效果有很大的影响,经过调整两者的比例,发现在 55:45 时待测组分与相邻峰有较好的分离。经考察,发现样品处理过程中的超声时间在 40 min 左右最佳。

表 1 三九胃泰颗粒中九里香酮的测定结果 (n=3)

Table 1 Determination of murrayone in Sanjiu Weitai Granule (n=3)

批号	九里香酮/(mg·g <sup>-1</sup> )	批号	九里香酮/(mg·g <sup>-1</sup> )
0405261	0.047 1	0409022	0.049 3
0406232	0.052 8	0409231	0.053 2
0407042	0.050 6	0410082	0.051 7
0408241	0.048 6	0410142	0.055 2
0408271	0.054 0	0410232	0.053 5

3.2 本法测定三九胃泰颗粒中九里香酮含量,结果可靠,且处理方法简便,流动相组成简单,可用于控制其质量。

### References:

[1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2000.  
 [2] Zhou L X, Zheng H C, Yang C R. Research progress in *Murraya exotica* L [J]. *J Pharm Pract* (药学实践杂志), 1997, 15(4): 214-219.

## 一元线性回归和偏最小二乘法在冰片研究中的对比

孙惠丽<sup>1</sup>,汪 曦<sup>1</sup>,徐可欣<sup>1\*</sup>,李 林<sup>2</sup>,凌宁生<sup>2</sup>

(1. 天津大学 精密测试技术及仪器国家重点实验室,天津 300072;

2. 天津中新药业集团股份有限公司技术中心,天津 300122)

冰片作为常用中药之一,具有开窍醒神、清热止痛的功效,用于热病神昏、痉厥、中风痰厥、昏迷目赤、口疮等症,在许多中成药中常作为“药引”,以增加其他药物的治疗效果<sup>[1]</sup>。天然冰片主要成分是龙脑(borneol),合成冰片为外消旋体,其中含有大量异龙脑(isoborneol)。

本实验采用傅里叶变换红外光谱法对冰片在中红外区域的特征吸收进行了研究,运用光谱技术对冰片进行了定量分析,并比较了一元线性回归和偏最小二乘法建模预测的结果。

### 1 材料与仪器

美国 Perkin-Elmer 公司 Spectrum GX 傅里叶变换红外光谱仪,中红外 DTGS 检测器,光谱采集范围 370~4 000 cm<sup>-1</sup>,8 次扫描累加,扫描分辨率 4 cm<sup>-1</sup>,氟化钙样品池的光程长为 1 mm,蠕动泵自动进样系统。

所用冰片样品经中新药业技术中心孙培麟鉴定为冰片合成品。

### 2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备:称取冰片 10 g,精密称定,置于 200 mL 量瓶中,用氯仿溶解并稀释至刻度,摇匀,制成 50 mg/mL 母液。分别取不同量的母液(母液量的范围为 0.1~12.7 mL,相邻两样间隔 0.7 mL),放入 50 mL 量瓶中,用氯仿稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2 冰片氯仿溶液的光谱分布:扫描有机溶剂氯仿和冰片的氯仿溶液的中红外光谱图,确定氯仿和冰片在中红外区域特征吸收的位置。氯仿的中红外吸收谱图(其中 3 020 cm<sup>-1</sup>和 1 213 cm<sup>-1</sup>附近已经饱和)见图 1。6.4 mg/mL 冰片溶液的中红外吸收光谱图见图 2。可以看出冰片在中红外区域特征吸收峰与冰片对照品吸收峰吻合较好,氯仿的吸收峰避开了冰片的吸收峰,是一种无背景干扰的溶剂,所以实验中选用氯仿为溶剂,为了减小氯仿挥发对实验造成的影响,实验采用透射方法。5 种不同质量浓度的冰片氯仿溶液在特征波段的光谱分布见图 3。

收稿日期:2004-05-18

作者简介:孙惠丽(1978—),女,山东省烟台市人,天津大学精密仪器与光电子工程学院生物医学工程专业在读研究生,研究方向为生物光学与应用光谱。Tel: (022) 81639533 Fax: (022) 27890629 E-mail: zeroshl@yahoo.com.cn

\* 通讯作者 Tel: (022) 27406379