

作用使得峰形展宽,在流动相中加入少量酸可抑制酚羟基及羧基的电离,增大其保留时间及减小拖尾因子。在含水的流动相中,由于其介电常数大,蒽醌类化合物的电离度也较大,通常需要加入较强、浓度较高的无机酸(如磷酸、高氯酸)来抑制其电离。而非水体系降低了流动相的介电常数,减少了游离蒽醌的电离,减少其与固定相残留硅醇基的作用,故加入少量酸(0.1%冰醋酸)即可抑制其电离,减少其拖尾

因子,使得其峰形对称,获得较高的柱效。且非水流动相黏度小,可降低柱外效应,有利于柱效的提高。

References:

- [1] Zhou J H, Yuan Y S, Yang J W. HPTLC determination of three anthraquinone derivatives of *Chinese Rhubarb* in plasma [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1995, 15(6): 36-39.
- [2] Oshima T, Hirayama F, Wang K, et al. The analysis of anthraquinones in *Polygonum multiflorum* by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1996, 16(4): 219-222.

GC 法测定降香油中橙花叔醇的含量

郭晓玲, 孟 青, 冯毅凡, 陈耕夫, 黄蓓蓓*, 潘 贞*

(广东药学院, 广东 广州 510224)

降香为豆科植物降香檀 *Dalbergia odorifera* T. Chen 树干和根的干燥心材, 性温、味辛, 归肝、脾经, 能行气活血、止痛、止血, 用于脘腹疼痛, 肝郁胁痛、胸痹刺痛、跌打损伤、外伤出血等症^[1]。为控制降香油质量, 本实验采用 GC 法对降香药材经超临界 CO₂ 萃取所得的降香油中有效成分之一橙花叔醇进行测定。该法灵敏、简便、准确和重现性好, 可作为该原料的质量控制。

1 仪器与材料

HP 5890A 气相色谱仪, 氢离子火焰检测器 (FID), 泰立 TL-9900 色谱数据工作站, BP210D 型电子天平 (Sartorius 公司)。醋酸乙酯 (分析纯), 正十四烷 (色谱纯)。降香油由广州中医药大学提供。橙花叔醇对照品为自制, GC 归一化法测得其纯度为 98.15%, 广东药学院中心实验室提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性: 色谱柱: SE-30 石英毛细管柱 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm); 检测器 (FID) 温度: 300 °C; 进样品温度: 200 °C; 柱头压: 90~85 kPa; 尾吹 20 mL/min; 柱流量: 1.3 mL/min; 总流量: 20 mL/min; 柱温: 115 °C, 停留 39 min, 以 20 °C/min 升温至 160 °C, 停留 14 min。正十四烷为内标峰, 橙花叔醇峰的理论塔板数为 65 712, 与其前后峰分离度分别为 2.9、5.0, 说明在此色谱条件下, 样品能很好地分离。结果见图 1。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取橙花叔醇对照品

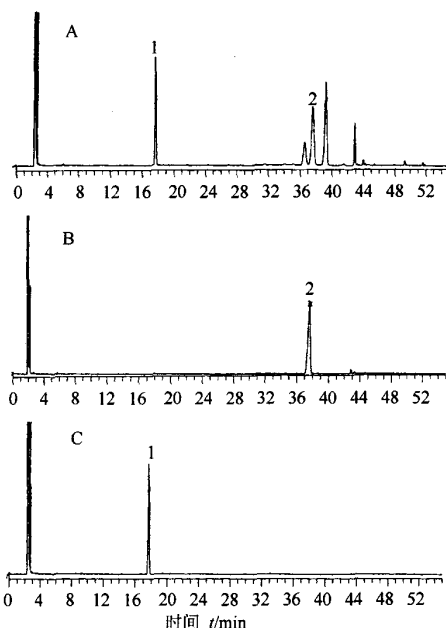


图 1 降香油(A)、橙花叔醇对照品(B)和正十四烷内标物(C)的 GC 图谱

Fig. 1 GC chromatogram of *Lignum Dalbergiae Odoriferae* oil (A), nerolidol reference substance (B), and *n*-tetradecane (C)

29.36 mg, 置 25 mL 量瓶, 加醋酸乙酯溶解并加至刻度, 即得。

2.3 内标液的制备: 精密称取正十四烷 255.32 mg, 加醋酸乙酯溶解并定容至 100 mL, 即得。

2.4 供试品溶液的制备: 精密称取降香油 30 mg,

加入 2.5 mg/mL 正十四烷内标液 2.0 mL,用醋酸乙酯溶解,并定容至 20 mL,制成 1.5 mg/mL 的样品溶液。

2.5 线性关系考察:精密称取 1.174 4 mg/mL 橙花叔醇对照品溶液 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL,分别加入 2.5 mg/mL 正十四烷内标液 2.0 mL,用醋酸乙酯溶解并定容至 20 mL,取 1 μ L 进样。以橙花叔醇峰面积与内标峰面积比对进样浓度进行线性回归,得回归方程: $Y = 0.01275 + 0.002715X$, $r = 0.9998$,结果表明橙花叔醇在 58.72~587.2 mg/mL 与峰面积比呈良好线性关系。

2.6 精密度试验:取 1.174 4 mg/mL 橙花叔醇对照品溶液 6 mL,加入正十四烷内标液(2.5 mg/mL) 2 mL,用醋酸乙酯溶解并定容至 20 mL,取 1 μ L 连续进样 6 次,测定橙花叔醇与内标物峰面积比值,其 RSD 为 1.05%。

2.7 重现性试验:精密称取 30 mg 降香油,各 6 份,制备供试品溶液,依法测定橙花叔醇含质量分数,其 RSD 为 0.98%。

2.8 稳定性试验:取供试品溶液在 0、2、4、6、8、12 h 进样 1 μ L,连续进样 6 次,以橙花叔醇质量分数计,其 RSD 为 2.03%。表明样品在配制 12 h 内测定,稳定性良好。

2.9 加样回收率试验:精密称取 5 份降香油,各 15 mg,分别加入 2.0 mL, 2.5 mg/mL 正十四烷内标液和 3 mL, 1.171 6 mg/mL 橙花叔醇对照品溶液,制备供试品溶液,依法测定橙花叔醇的质量浓度,计算回收率,结果平均回收率为 100.71%, RSD 为 2.11%。

2.10 样品的测定:分别称取 5 个批号的降香油适量,制备供试品溶液,依法测定橙花叔醇含量,结果见表 1。

表 1 降香油中橙花叔醇测定结果

Table 1 Determination of nerolidol in *Lignum Dalbergiae Odoriferae* oil

批号	橙花叔醇/(mg · g ⁻¹)
030307	265.4
030325	266.3
030412	258.6
030510	251.5
030517	265.5

3 讨论

本实验建立毛细管气相色谱测定法,具有精密度高、重现性和稳定性好等优点,可作为降香质量控制的方法之一。

Reference:

[1] *Ch P* (中国药典), Vol 1. 2000.

HPLC 法测定湿疹喷雾剂中丹皮酚的含量

赵碧清,何群,张春桃,陈爱军

(湖南中医学院药学院,湖南长沙 410004)

湿疹喷雾剂由汤剂改剂型制得,处方来源于湖南中医学院著名皮肤科专家欧阳恒教授几十年治疗慢性湿疹的外用经验方。原方由徐长卿、黄柏、苦参、黄芩等 8 味中药制成,其中,徐长卿为君药。对于该制剂的含量测定已有报道,主要有紫外分光光度法^[1]。本实验采用 HPLC 法测定该制剂中丹皮酚的含量,该法准确、灵敏、简便、快速、重现性好,为该制剂的质量控制提供了快速、准确的测定方法。

1 仪器与材料

Waters 高效液相色谱仪, Waters 2487 型紫外

检测器(Waters 公司);UV 2450 型紫外可见分光光度计(日本岛津)。

丹皮酚对照品(中国药品生物制品检定所,批号:0708-9003),甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其他试剂均为分析纯。湿疹喷雾剂(自制)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:Phenomenex C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μ m);流动相:甲醇-水(60:40);检测波长:274 nm;体积流量:1.0 mL/min;柱温:30 $^{\circ}$ C。理论塔板数按丹皮酚峰计算,应不得低于 5 000。

收稿日期:2004-06-04

作者简介:赵碧清(1972—),女,湖南常德人,讲师,硕士,1996 年获中国药科大学药物分析专业学士学位,2003 年获湖南中医学院中药药剂专业硕士学位,研究方向为中药新药制备工艺与质量标准。

Tel: (0731) 5570574 Fax: (0731) 5580214 E-mail: qingerhn@yahoo.com.cn