

浓度的平均值,  $S_j$  为成分  $j$  的标准偏差, 即  $S_j = [\sum(X_{ij} - X_j)^2 / n - 1]^{1/2}$ ,  $X_{ij}$  为标准化后的值, 将  $X_{ij}$  加权求和, 即得综合评价指标  $Y$  值。处理结果见表 1。可见  $Y$  由大到小的顺序是 SBE 液 > WE 液 > SBAE 液 > WAE 液。

$$Y = (\text{黄芪甲苷} + \text{人参二醇} + \text{阿魏酸} + \text{甜菜碱}) \times 8 + \text{干浸膏} \times 2$$

### 3 小结与讨论

以黄芪甲苷、人参二醇、阿魏酸、甜菜碱、干浸膏为指标, 对补气生血方药的 4 种提取方法进行比较, 根据 SBE 法理论, 确定综合评价指标的关系式, 综合评价指标值大小顺序为: SBE 液 > WE 液 > SBAE 液 > WAE 液, 提示补气生血方药的提取以 SBE 法为佳。SBE 法符合口服药物经人体胃肠道转运吸收的原理, 且有效成分的量高, 生产成本低。如再减少服用量, 可采用 SBAE 法, 其提取成分较 WAE 的量高。本实验进一步验证 SBE 法的科学性和可行性。

本实验采用了多指标成分及干浸膏为考察对

象, 综合优选提取工艺, 体现了中药提取的“有成分论, 不唯成分论, 重在机体的药理学反应”这一 SBE 法观点, 同时也有利于单体成分控制制剂质量。

数据处理时, 将 5 个指标成分测定结果进行标准化处理, 以消除因各指标单位和量纲的不同及变量范围相差悬殊所造成的影响, 以标准化处理以后所得的综合评价指标值为指标, 评判 4 种提取方法的优劣, 较各指标成分直接相加更科学更合理。

### References:

- [1] Yan R N, Wang J Z, Liu S P, et al. Determination of astragaloside in *Astragalus* root by HPLC [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1995, 20 (11): 670-673.
- [2] Zhuan J H, Jian H. Determination of panoxadiol in Xintong Oral Liquid [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form* (中国实验方剂学杂志), 1998, 4(5): 11-12.
- [3] Ye D W, Zeng Y Y, Wang Q. Determination of ferulic acid in Xiaobitong Capsule by dual wavelength TLC-scanning [J]. *Hubei J Tradit Chin Med* (湖北中医杂志), 2000, 22 (5): 48.
- [4] Yang D H, Wang J F, Wei L X. Determination of lycine in Gouqizi extract [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1997, 22(10): 608-610.

## 毛细管气相色谱法测定复方莪术油软胶囊中莪术醇

巩克民<sup>1</sup>, 任洁<sup>1</sup>, 唐淑含<sup>1</sup>, 唐百灵<sup>1</sup>, 赵怀清<sup>1\*</sup>, 金明月<sup>2</sup>

(1. 沈阳药科大学药学院, 辽宁 沈阳 110016; 2. 辽宁大生药业有限公司, 辽宁 沈阳 110003)

**摘要:**目的 建立复方莪术油软胶囊中莪术醇的毛细管气相色谱测定方法。方法 色谱条件为 OV-1 毛细管色谱柱, 程序升温, 火焰离子化检测器, 内标正二十烷。结果 组分与内标分离良好, 莪术醇在 0.10~0.80 mg/mL 线性关系良好 ( $r=0.9999$ ), 平均加样回收率为 99.69%, RSD 为 0.82%。结论 该法定量准确、可靠、重现性好, 可以用于复方莪术油软胶囊中莪术醇的质量评价。

**关键词:** 复方莪术油软胶囊; 莪术醇; 毛细管气相色谱

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2005)09-1330-03

### Determination of curcumol in Compound Ezhu Oil Soft Capsules by CGC

GONG Ke-min<sup>1</sup>, REN Jie<sup>1</sup>, TANG Shu-han<sup>1</sup>, TANG Bai-ling<sup>1</sup>, ZHAO Huai-qing<sup>1</sup>, JIN Ming-yue<sup>2</sup>

(1. School of Pharmacy, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016, China; 2. Liaoning Dasheng Pharmaceutical Limited Corporation, Shenyang 110003, China)

**Key words:** Compound Ezhu Oil Soft Capsule; curcumol; capillary gas chromatography (CGC)

复方莪术油软胶囊是由莪术油、陈皮油混匀而制成的软胶囊, 具有行气破瘀、消积止痛等功效, 主治积滞胀痛, 血瘀腹痛, 血滞经闭<sup>[1,2]</sup>。莪术醇为该制

剂中重要活性成分。因此本实验建立以正二十烷为内标, 采用毛细管气相色谱法测定该制剂中莪术醇, 从而更加有效地控制复方莪术油软胶囊的质量。

收稿日期: 2004-11-13

作者简介: 巩克民(1979—), 男, 山东泰安人, 在读硕士研究生, 2002年毕业于天津医科大学药学院, 研究方向为中药材和中成药质量评价方法以及中药药理学。

\* 通讯作者 赵怀清 Tel: (024) 23843711-3679 E-mail: zhaohq1955@sina.com

## 1 仪器与试剂

HP—5890A 气相色谱仪、HP—3392A 色谱处理机(美国惠普公司),莪术醇对照品(中国药品生物制品检定所,批号:10185-0104),色谱纯正二十烷(上海试剂一厂),复方莪术油软胶囊(0.15 g/粒,辽宁大生药业有限公司),陈皮油(辽宁大生药业有限公司),分析纯无水乙醇。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验:OV—1 毛细管柱(25 m×0.25 mm, 0.3 μm, Gasukuro Kogyo Inc. Japan),程序升温:初始温度 75 ℃,以 1.5 ℃/min 升至 132 ℃,再以 50 ℃/min 升至 210 ℃,维持 4 min。氢火焰离子化检测器(FID),进样口温度:210 ℃,检测器温度:220 ℃,氮气(载气)体积流量:17 mL/min,氢气体积流量:25 mL/min,空气体积流量:250 mL/min。分流比:7:1,进样量:1 μL。理论塔板数按莪术醇色谱峰计算不少于 2 100,莪术醇峰、内标峰、相邻峰的分离度大于 1.5,莪术醇、内标的拖尾因子分别为 1.03、0.99。

### 2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品储备液的制备:精密称取莪术醇对照品约 10.0 mg,置 5 mL 量瓶中,加入适量无水乙醇,

超声处理 5 min,混匀,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品储备液。

2.2.2 内标液的制备:精密称取正二十烷约 61.2 mg,置 25 mL 量瓶中,加入适量无水乙醇,超声处理 5 min,混匀,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为内标液。

2.2.3 对照品溶液的制备:精密吸取对照品储备液 0.40 mL,置 2 mL 量瓶中,再精密加入 0.20 mL 内标液,加入适量无水乙醇,超声处理 5 min,混匀,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

2.2.4 供试品溶液的制备:取复方莪术油软胶囊 10 粒,取其内容物,混匀。精密称取约 50.0 mg,置 5 mL 量瓶中,精密加入 0.50 mL 内标液,加入适量无水乙醇,超声处理 5 min,混匀,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.2.5 阴性对照溶液的制备:按照处方配比精密称取陈皮油约 25.0 mg,置 25 mL 量瓶中,加入适量无水乙醇,超声处理 5 min,混匀,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为阴性对照溶液。

2.3 方法专属性:分别取阴性对照液、供试品溶液、对照品溶液注入气相色谱仪,结果在样品和内标物出峰位置无干扰,表明阴性空白无干扰(图 1)。

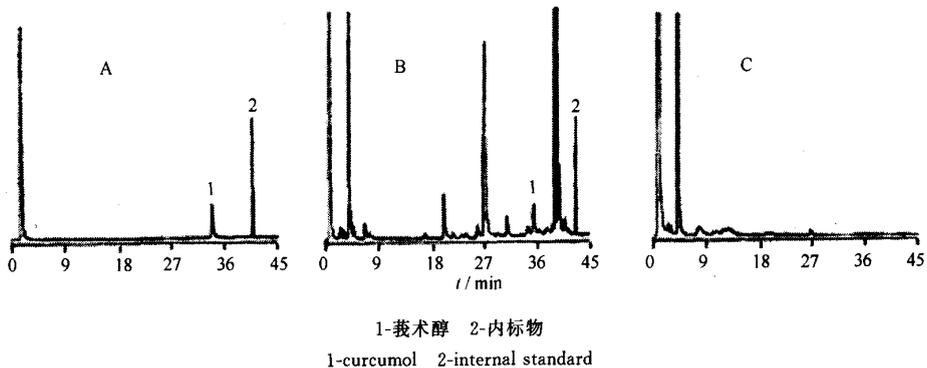


图 1 莪术醇对照品(A)、复方莪术油软胶囊(B)、缺莪术油阴性对照(C)的 CGC 图谱

Fig. 1 CGC chromatograms of curcumol reference substance (A), Compound Ezhu Oil Soft Capsules (B), and blank sample without *Rhizoma Curcumae* oil (C)

2.4 线性范围考察:精密吸取对照品储备液 0.10、0.20、0.40、0.60、0.80 mg/mL,按 2.2.3 项下的对照品溶液的制备方法进行操作,得 0.10、0.20、0.40、0.60、0.80 mL 的溶液,注入气相色谱仪,记录莪术醇与内标的峰面积。以莪术醇与内标物的峰面积比值(Y)对莪术醇质量浓度(X)作线性回归,得到回归方程  $Y = 30.463 X - 0.003 500 4$  ( $r = 0.999 9$ )。莪术醇在 0.10~0.80 mg/mL 线性关系良好。

2.5 精密度试验:取 0.40 mg/mL 莪术醇对照品溶液,重复进样 6 次,记录莪术醇与内标的峰面积,以

两者的峰面积比值计算 RSD 为 1.1% ( $n = 6$ )。

2.6 重现性试验:取同一批样品(批号为 20030501),制备供试品溶液,平行制备 5 份,进样测定,计算得,莪术醇的平均质量分数为 0.040 7 mg/mg, RSD 为 0.64% ( $n = 5$ )。

2.7 稳定性试验:取同一供试品溶液(批号为 20030501)分别于 0、2、4、8、12、16、20 h 注入气相色谱仪,记录莪术醇与内标的峰面积,以两者的峰面积比值计算 RSD 为 0.89% ( $n = 7$ )。结果表明供试品溶液在 20 h 内比较稳定。

2.8 加样回收率试验:精密称取约 6.0 mg 含莪术醇 0.040 4 mg/mL 的样品 3 份,置 2 mL 量瓶中,分别精密加入莪术醇对照品储备液 0.10、0.30、0.50 mL,制备供试品溶液,依法测定,结果平均回收率为 99.69%,RSD 为 0.82% (n=9)。

2.9 样品测定:取复方莪术油软胶囊 3 批,制备供试品溶液,注入气相色谱仪,内标两点法测定莪术醇的质量分数,结果见表 1。

表 1 复方莪术油软胶囊中莪术醇测定结果 (n=3)  
Table 1 Determination of curcuminol in Compound E Zhu Oil Soft Capsules (n=3)

批号	莪术醇/(mg·mg <sup>-1</sup> )	RSD/%
20030501	0.040 3	0.33
20030502	0.040 5	0.32
20030503	0.040 3	0.24

### 3 讨论

由于复方莪术油软胶囊的成分大多是极性较小的成分,且成分复杂,传统的填充柱不能使各成分完全分离。文献报道<sup>[1,3,4]</sup>的色谱柱也大多数为非极性毛细管色谱柱,其中最多的为聚硅氧烷类色谱柱,所以本实验采用了 OV-1 毛细管色谱柱。

本实验曾采用了文献报道<sup>[3]</sup>的程序升温,初始温度为 75 ℃,以 3 ℃/min 升至 145 ℃。但此时莪术醇与相邻物质未实现基线分离,所以尝试采用了

1.5 ℃/min 升到 132 ℃,此时莪术醇与相邻物质实现基线分离。在待测物质流出色谱柱后,采用 50 ℃/min 到 210 ℃,维持 4 min,这样使其他高沸点的物质尽快流出色谱柱,从而达到减少分析时间的目的。

文献报道<sup>[4]</sup>的内标物为正十三烷。本实验采用正十三烷作内标时,由于复方莪术油软胶囊成分复杂,未达到基线分离。用萘作内标时出峰时间较早,与陈皮油中成分未达到基线分离。用正十八烷作内标时,它与莪术醇未达到基线分离。基于上述现象,采用沸点较高的内标物质。本实验尝试用了正二十烷、正二十五烷、蒎酮,三者都能实现基线分离,但是正二十五烷、蒎酮的保留时间过长,正二十烷保留时间适中,所以本实验采用正二十烷作为内标。

### References:

[1] Zhou X, Liang G Y, Shen W Y. Study on chemical components of essential oil of *Rhizoma Curcumae* [J]. *West China J Pharm Sci* (华西药学杂志), 2002, 17 (3): 201-203.  
[2] Li J S, Jia M R, Wang D G. *Identification Science of Chinese Materia Medica* (中药鉴定学) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1996.  
[3] Li A Q, Hu X J, Deng Y H, et al. Constituents in volatile oil of *Curcuma wenyujin* Y. H. Chen C. Ling [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2001, 32 (9): 782-783.  
[4] Xie Y, Hang T J, Zhang Z X, et al. Comparisons of curcuminol contents in essential oil from four species of *Rhizoma Curcumae* L [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2001, 32 (7): 600-602.

## 注射用苦参素细菌内毒素检查法的研究

肖贵南<sup>1</sup>, 陆惠文<sup>1\*</sup>, 宜全<sup>2</sup>

(1. 广东省药品检验所, 广东 广州 510180; 2. 广州医学院, 广东 广州 510182)

**摘要:**目的 探讨注射用苦参素进行细菌内毒素检查的可行性。方法 采用凝胶法和动态浊度法鲎试验对样品中的细菌内毒素进行定性和定量检测。结果 3 批注射用苦参素稀释至 500 mg/L 和 250 mg/L 后对细菌内毒素检查均没有干扰作用;所测样品的细菌内毒素均小于 1 000 EU/g,凝胶法和动态浊度法鲎试验均证实了这一点。结论 可建立注射用苦参素的细菌内毒素检查法,日常细菌内毒素检查时可将样品稀释至 500 mg/L 以下以排除其干扰作用。

**关键词:**注射用苦参素;细菌内毒素;鲎试验;干扰作用

**中图分类号:**R286.02 **文献标识码:**B **文章编号:**0253-2670(2005)09-1332-04

### Investigation for bacterial endotoxins in kurorinone for injection

XIAO Gui-nan<sup>1</sup>, LU Hui-wen<sup>1</sup>, YI Quan<sup>2</sup>

(1. Guangdong Institute for Drug Control, Guangzhou 510180, China;

2. Guangzhou Medical College, Guangzhou 510182, China)

收稿日期:2004-12-22

作者简介:肖贵南(1972—),男,江西南康人,副主任药师,硕士,发表论文 21 篇,研究方向为新药药理及细菌内毒素分析。

Tel: (020) 81853842 E-mail: gzxgn@163.com

\* 通讯作者 陆惠文