

烷磺酸钠、十二烷基磺酸钠和十二烷基硫酸钠,分离效果均不理想。改用高氯酸钠后,极大地改善了分离度。同时,流动相中甲醇和乙腈的比例对主峰分离的影响也较大,经过筛选优化,最终选择了 0.05 mol/L 磷酸二氢铵水溶液(H_2PO_4 调 pH 2.5)-甲醇-乙腈-高氯酸钠(900 mL : 20 mL : 80 mL : 6 g)作为流动相。

本实验建立了苦参总碱中苦参碱、氧化槐果碱和氧化苦参碱的测定方法,线性关系良好,精密性、重现性、稳定性及回收率试验均符合要求,作为控制

质量方法,简便、灵敏、稳定。

References:

- [1] Gao H Y, Liu Y C. Effects of alkaloids *Sophora flavescens* tablet on pharmaceutical action in cardiovascular system [J]. *China New Med* (中国新医药), 2004, 3 (6): 99.
- [2] Zhu X, Yu X S, Tan X M, et al. Study on the methods of content determination and TLC of Mateleng Injection [J]. *Heilongjiang Med Pharm* (黑龙江医药), 1989 (4): 9-11.
- [3] Jin L X, Cui Y Y, Zhang G D, et al. Determination of alkaloids in *Radix Sophorae Flavescentis* by HPLC [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1993, 28 (2): 136-139.
- [4] Li P F, Wang Z, Shen B, et al. Simultaneous determination of matrine, oxymatrine, sophocarpine by RP-HPLC [J]. *Lishi-zhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药), 2004, 15 (2): 76-77.

HPLC 法测定胃肠安丸中柚皮苷

凌宁生¹, 杨 瑾¹, 律兆荣¹, 刘志宏¹, 高文远²

(1. 天津中新药业集团股份有限公司乐仁堂制药厂, 天津 300380; 2. 天津大学药学院, 天津 300072)

胃肠安丸为中新药业天津乐仁堂制药厂研制开发的治疗胃肠道疾病的纯中药制剂, 收载于《中国药典》2005 年版。该处方由木香、沉香、大黄、枳壳等药味组成, 具有芳香化浊、理气止痛、健胃导滞之功, 临床用于治疗消化不良引起的腹泻、肠炎、菌痢、脘腹胀满、腹痛、食积乳积等症。目前胃肠安丸的检测指标为厚朴酚与和厚朴酚。枳壳为处方中主要药味, 起利胸腹之气、散积消痞、化湿导滞消食的作用。柚皮苷为枳壳中的主要成分之一, 因柚皮苷在枳壳药材中的量较高, 且性质稳定, 因此为了提高胃肠安丸的质量标准, 更有效的监控产品质量, 增加制定了胃肠安丸中柚皮苷的测定。通过对胃肠安丸中柚皮苷的监控可有效地控制该产品内在质量。

1 仪器与试剂

Waters2695 型高效液相色谱仪; Waters2487 紫外-可见检测器。柚皮苷对照品由中国药品生物制品检定所提供, 批号: 200309; 甲醇、乙腈为色谱纯。胃肠安丸由天津中新药业集团股份有限公司乐仁堂制药厂生产。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Diamonsil C_{18} 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.3%冰醋酸 (20 : 80); 检测波长: 283 nm; 体积流量: 0.8 mL/min; 柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.2 对照品溶液的制备: 取柚皮苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成 0.01 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品研细, 取粉末 0.1 g, 精密称定, 置 50 mL 具塞三角瓶中, 加甲醇 25 mL, 精密称定, 水浴加热回流提取 30 min, 放冷, 精密称定。用甲醇补足减失质量, 微孔滤膜滤过, 作为供试品溶液。

2.4 线性关系的考察: 精密吸取柚皮苷对照品溶液 (质量浓度为 0.011 9 mg/mL) 2、4、8、12、16、20 μL 进样, 按上述色谱条件测定。以柚皮苷的进样量为横坐标, 相应峰面积积分值为纵坐标, 计算得回归方程 $Y=4\ 666\ 857\ X-15\ 551.9$, $r=0.999\ 95$ 。表明柚皮苷在 0.011 9~0.119 mg/mL 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密性试验: 取同一供试品溶液, 连续进样 6 次, 测定峰面积积分值, 结果其 RSD 为 1.7%。

2.6 重现性试验: 同一批样品, 称取 6 份, 制备供试品溶液, 测定, 结果柚皮苷平均质量分数为 11.38 mg/g, RSD 为 1.45%。

2.7 稳定性试验: 取同一供试品溶液, 每隔 2 h 进样 2 μL , 共进样 6 次, 测定峰面积并计算柚皮苷的质量分数, 结果其 RSD 为 1.7%。

2.8 回收率试验: 采用加样回收法。取含柚皮苷

收稿日期: 2005-02-08

基金项目: 天津市科委中药现代化项目 (05ZHGGX01000)

作者简介: 凌宁生, 正高级工程师, 硕士, 从事中药研究及管理工作 20 余年, 致力于中药新药、中成药二次开发研究。

11.38 mg/g 的样品6份,各称取约0.1 g,分别精密加入柚皮苷对照品1.142 4 mg,制备供试品溶液,测定,计算加样回收率,结果平均加样回收率为98.5%,RSD为2.59%。

2.9 空白试验:除枳壳外按处方量称取其他药味,按处方工艺制成不含枳壳的制剂,按供试品溶液制备方法制成空白对照液,进样测定。对照品、供试品和空白对照的HPLC图见图1。说明其他药材与辅料均不干扰柚皮苷的测定。

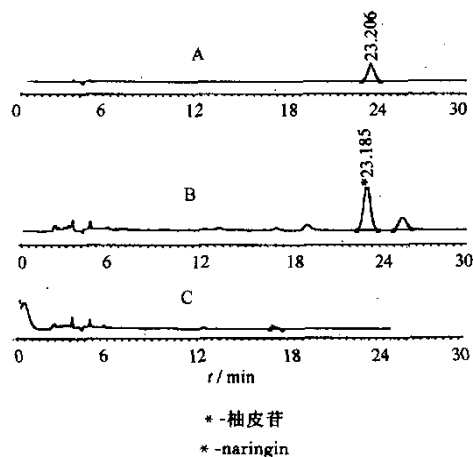


图1 柚皮苷对照品(A)、胃肠安丸(B)和阴性对照(C)的HPLC图

Fig. 1 HPLC chromatograms of naringin reference substance (A), Weichang'an Pill (B), and negative sample (C)

2.10 样品测定:取10批胃肠安丸,制备供试品溶液,每批制备两份。精密吸取供试品溶液、对照品溶

液各2 μ L,注入高效液相色谱仪,进行测定,结果见表1。通过对10批胃肠安丸中柚皮苷进行检测,建议胃肠安丸增加柚皮苷测定的标准定为胃肠安丸中柚皮苷不得少于4.38 mg/g。

表1 胃肠安丸中柚皮苷的测定结果 ($n=2$)

Table 1 Determination of naringin in Weichang'an Pill ($n=2$)

批号	柚皮苷/(mg $\cdot$ g $^{-1}$)	批号	柚皮苷/(mg $\cdot$ g $^{-1}$)
D109004	4.8	D109016	5.6
D109007	4.9	D109019	5.3
D109008	5.2	D109020	4.4
D109009	5.4	030681	4.6
D109010	4.6	030784	4.8

3 讨论

3.1 提取方法考察:柚皮苷易溶于有机溶剂,提取方法主要有超声处理和回流提取,通过采用甲醇超声提取和甲醇回流提取进行比较,结果以甲醇回流提取效果最好,故采用此提取方法。

3.2 流动相的选择:先后采用甲醇-水、乙腈-水、甲醇-0.3%冰醋酸、乙腈-0.3%冰醋酸为流动相^[1,2]进行试验,比较HPLC谱图,结果显示以乙腈-0.3%冰醋酸(20:80)为流动相进行检测,样品峰分离最好,故采用乙腈-0.3%冰醋酸(20:80)为流动相。

References:

- [1] Hao M H, Wang D, Hu S R. Determination of naringin in Qizhi Weiyan Granules by HPLC [J]. *Drug Standards China* (中国药品标准), 2003, 4 (3): 43-45.
- [2] Liu L Y, Guo Y W, Zhu Z L. Determination of naringin in Zhitejia Tablet by HPLC [J]. *J. Shaanxi Coll Tradit Chin Med* (陕西中医学院学报), 2002, 25 (5): 45-46.

GC法测定当归油中Z-藁本内酯

李桂生^{1,2}, 李八方²

(1. 烟台大学药学院 山东省天然药物工程技术研究中心, 山东 烟台 264005; 2. 中国海洋大学, 山东 青岛 266003)

Z-藁本内酯是当归 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 挥发油中的主要有效成分^[1],具有解痉^[2]、止咳平喘^[3]、调经止痛^[4]等多种生理活性。目前国家药品标准的成方制剂中以当归挥发油入药的品种多达40余种。目前有关当归油质量标准的研究还比较薄弱,曾有报道采用气相色谱归一化法^[5]、高效液相色谱法^[6]及气相色谱-质谱联用法^[7]进行评估,但难以

满足新药研究开发的需要。本研究采用气相色谱法对Z-藁本内酯测定方法进行了探讨。

1 仪器与试剂

日本岛津GC-14B气相色谱仪。邻苯二甲酸二乙酯;当归油(自制,经超临界CO₂流体萃取而得,批号:030708、030711、030728)。

2 方法与结果