

工业化生产。

References:

- [1] Guo J, Zhou L D. Research and development of chemical constituents of Propolis [J]. *Alpiculture China* (中国养蜂), 2000, 51 (3): 21-22.
- [2] Hu F L. Propolis's extracting method [J]. *Technol Alpical* (养蜂科技), 2000, (5): 28-29.
- [3] Hu S H, Shuai Q, Shao X P, et al. The study of extraction and analysis for activity content of in bee chrysalis which is the extraction and determination for flavones [J]. *Alpiculture China* (中国养蜂), 2000, 51 (6): 7-9.

- [4] Hu M, Gan L, Jiang F T, et al. The study on the optimum extracting process of flavonoids in *Ginkgo biloba* L. (1) [J]. *Sci Tech Food Ind* (食品工业科技), 1997, (5): 49-51.
- [5] Liu Y. The volatile constituents of Propolis is analyzed by GC-MS and exacted by SFE [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1993, 23 (9): 547-549.
- [6] Gao Y Y, You H, Chen C, et al. The study on the supercritical fluid extraction technology of Propolis flavonoids [J]. *Food Sci* (食品科学), 2002, 23 (8): 154-157.
- [7] Wei L X. *Analysis of Chinese Medicine Preparation* (中药制剂分析) [J]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishing, 2000.

HPLC 法测定射干利咽口服液中次野鸢尾黄素

刘德茂, 林 艳, 李振学

(大连公安医院, 辽宁 大连 11000)

射干利咽口服液由射干、升麻、桔梗、芒硝、川木通、百合、百草(灸)等药组成, 具有降火解毒、利咽止痛的功效, 用于小儿急性喉痹(急性咽炎)肺胃热盛证。原标准[WS₃-372(Z-057)-2002(Z)]采用薄层扫描法测定君药射干的成分次野鸢尾黄素, 方法的专属性不强, 受干扰的因素较多, 对质量的控制产生了一定的困难。本实验采用高效液相色谱法测定次野鸢尾黄素, 提高了方法的专属性, 操作简单迅速, 精密度高, 重现性好, 能更好的控制射干利咽口服液的质量, 保证了临床应用的有效性及其稳定性。

1 材料与仪器

射干利咽口服液(吉林通化东宝永健制药有限公司, 10 mL/支)次野鸢尾黄素对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 111557-200101); 所用试剂均为分析纯。高效液相色谱仪为岛津 LC-10A, Anastar 色谱工作站。

2 方法与结果

2.1 色谱分析条件: 色谱柱: Irregular C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 10 μm), 流动相: 甲醇-水(70:30), 体积流量: 0.5 mL/min, 检测波长: 270 nm, 柱温: 35 °C, 进样量: 20 μL。

2.2 标准曲线的制备: 精密称取次野鸢尾黄素对照品 10.56 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇溶解, 并稀释至刻度, 摇匀。精密吸取 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 置 100 mL 量瓶中, 加 1 mL 25% HCl, 再加甲醇至刻度, 摇匀。按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分为纵坐标, 次野鸢尾黄素质量浓度为

横坐标绘制标准曲线, 其回归方程为 $A=97\ 452.6C+15\ 369.7$, $r=0.999\ 8$, 即质量浓度在 0.528~5.28 μg/mL 与峰面积线性关系良好。

2.3 溶液的制备

2.3.1 供试品溶液的制备: 精密量取射干利咽口服液 10 mL, 加 10 mL 水稀释, 用稀盐酸调 pH 3~4, 将酸化液置分液漏斗中, 用醋酸乙酯萃取 3 次, 每次 20 mL, 合并醋酸乙酯液, 置分液漏斗中, 用 0.1% NaOH 液萃取 3 次, 每次 20 mL, 弃去 NaOH 液, 醋酸乙酯层用蒸馏水萃取 3 次, 每次 20 mL, 充去水层, 回收醋酸乙酯至干, 残渣加甲醇溶解, 转至 25 mL 量瓶中, 加 2.5 mL 25% HCl, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 续滤液备用。

2.3.2 对照品溶液的制备: 精密量取 0.105 6 mg/mL 次野鸢尾黄素对照品溶液 3.0 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加 1 mL 25% HCl, 再加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 阴性干扰试验: 按制备工艺方法制备缺射干的阴性样品, 按供试品溶液方法处理, 测定, 结果在次野鸢尾黄素保留时间处无峰出现, 表明阴性样品无干扰(图 1)。

2.5 精密度试验: 取对照品溶液, 依法进样 6 次, 计算得次野鸢尾黄素面积积分值 RSD 为 0.43%。

2.6 稳定性试验: 取同一供试品溶液, 于 0、2、4、6、8 h 测定, 计算得次野鸢尾黄素峰面积积分值 RSD 为 0.52%, 表明供试品溶液在 8 h 内测定是稳定的。

2.7 重现性试验: 精密称取同一批样品 6 份, 制备供

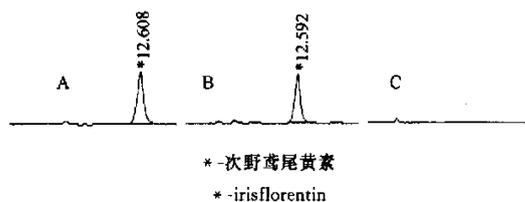


图 1 次野鸢尾黄素对照品(A)和射干利咽口服液(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of irisfloreantin reference substance (A) and Shegan Liyan Solution (B)

试品溶液,按上述方法测定,计算次野鸢尾黄素的质量浓度,平均值为 0.044 2 mg/支,RSD 为 1.16%。

2.8 回收率试验:采用加样回收法。取 0.044 2 mg/支的样品 5 mL,精密加入 0.005 28 mg/mL 对照品溶液 5 mL,按供试品溶液制备方法操作,按上述方法测定,计算回收率。结果平均回收率为 97.9%,RSD 为 1.44% (n=6)。

2.9 样品测定

2.9.1 薄层扫描法:参照 WS₃-372 (Z-057)-2002 (Z)标准方法。精密量取本品 15.0 mL,置分液漏斗中,滴加硫酸调 pH 3,振摇,放置 10 min,加乙醚提取 3 次,每次 20 mL,分取乙醚层于另一分液漏斗中,用 0.1% 氢氧化钠液提取 3 次,每次 20 mL,分取乙醚层,50℃ 水浴浓缩至干,残渣加乙醇溶解,定

量转移至 2 mL 量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。另取次野鸢尾黄素对照品,加乙醇制成 0.2 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法试验,吸取供试品溶液 5 μL,对照品溶液 1.5 和 2.0 μL,分别交叉点于同一硅胶 G 高效薄层板上,以苯-甲醇(10:0.4)为展开剂,展开,取出,晾干,进行扫描,λ_s=270 nm,λ_R=340 nm,以供试品吸收度积分值与对照品吸收度积分值计算即得。结果见表 1。

2.9.2 高效液相色谱测定方法:分别吸取对照品溶液及供试品溶液各 20 μL,注入色谱仪,按上述色谱条件测得峰面积,以外标法计算次野鸢尾黄素量。结果见表 1。

表 1 射干利咽口服液中次野鸢尾黄素的测定结果 (n=3)

Table 1 Irisfloreantin in Shegan Liyan Solution (n=3)

批号	薄层扫描法		高效液相色谱法	
	次野鸢尾黄素/(mg·支 ⁻¹)	RSD/%	次野鸢尾黄素/(mg·支 ⁻¹)	RSD/%
030801	0.057 3	3.56	0.053 6	0.96
031201	0.051 2	4.03	0.049 8	0.75
040101	0.052 5	3.82	0.050 4	0.82

3 讨论

两种测定方法的比较,测定的结果相差不大,说明两种方法均可作为射干利咽口服液测定的方法,但高效液相色谱法较薄层扫描法操作简单,重现性好,能更好的控制产品质量。

HPLC 法测定鸦胆子油中脂肪酸

项 琪¹, 周莉玲¹, 姚崇舜², 李校堃², 周志丹^{*}

(1. 广州中医药大学中药学院, 广东 广州 510405; 2. 暨南大学 医药生物技术研究开发中心, 广东 广州 510405)

鸦胆子,别名为老鸦胆、苦参子,《中国药典》记载为苦木科植物鸦胆子 *Brucea javanica* (L.) Merr 的成熟果实,始载于《本草纲目拾遗》。鸦胆子种仁含油 56.23%,油中不皂化物占 1.36%;皂化物 92.47%^[1]。人们一直用鸦胆子治疗阿米巴痢疾、疟疾等疾病,为较常用中药。20 世纪 80 年代初起,国内学者对鸦胆子油抗肿瘤活性及效果做了大量研究,并开发出鸦胆子油乳抗癌药,临床应用治疗消化系统肿瘤,如胃癌、食管癌、原发性肝癌、大肠癌、胰腺癌等。特别是随着介入放射学的发展对治疗原发性肝癌方面有很大用处^[2]。目前鸦胆子油中脂肪酸

的测定有滴定法^[3]、气相色谱法^[4]、薄层扫描法^[5]和高效液相色谱法^[6]。但滴定法测得的是总酸,气相色谱法采用了较高的柱温,薄层扫描法不易控制。文献报道的 HPLC 法试剂昂贵,流量高柱压大,对仪器和色谱柱不利。本实验建立的柱前衍生化 HPLC 法,采用国产试剂,流量为 1.0 mL/min,在 45 min 内可完成一次色谱分离过程,为鸦胆子油的质量控制提供思路。

1 仪器与试剂

Shimadzu LC-2010C 高效液相色谱仪;SPD-M10Avp 检测器(日本岛津公司);TGL-16G 台式

收稿日期:2005-06-24

基金项目:广东省中医药局科研课题(1040073)

* 沈阳药科大学 2005 届实习生