

表 1 温肾咳喘片中有效成分的测定结果 (n=3)

Table 1 Determination of effective components in Wenshen Kechuan Tablets (n=3)

批号	有效成分/(mg·片 ⁻¹)				
	欧前胡素	蛇床子素	和厚朴酚	厚朴酚	甘草酸
030301	2.25	16.70	4.41	27.23	16.52
030302	2.22	16.88	4.48	27.78	17.01
030303	2.24	16.80	4.42	27.81	16.52
030304	2.23	16.58	4.37	27.40	16.11
030305	2.29	16.62	4.48	27.80	16.56

3 讨论

温肾咳喘片中蛇床子、厚朴两味药材,采用超临界 CO₂ 萃取技术提取其有效部位,并经 β-环糊精包合固化,因此样品中含有大量 β-环糊精包合物,用醋酸乙酯、氯仿等弱极性溶剂无法充分有效地提取被包合的成分,而甲醇、乙醇对包合物具有很强的破坏作用,可使被包合的成分完全游离溶出。但样品中甘草酸为水溶性成分,所以本实验选用流动相作为供

试品溶液制备时的提取溶剂,可将样品中各有效成分完全提取。

经紫外扫描测定,欧前胡素、蛇床子素与和厚朴酚分别在 248、257、255 nm 波长处有特征吸收峰,而甘草酸的最大吸收波长为 250 nm。因特征吸收波长较为接近,因此考虑选用合适的流动相系统,在同一波长下同时测定欧前胡素、蛇床子素、和厚朴酚、厚朴酚和甘草酸。经试验,选用检测波长为 250 nm,此时厚朴酚仍有较强吸收,各组分均有较高灵敏度。

曾用甲醇-水系统为流动相进行色谱分离,结果色谱峰形宽而拖尾,这主要是由于甘草酸单铵盐的离解所致。因此采用甲醇-醋酸铵缓冲系统,并加入冰醋酸改变流动相的 pH 值,以抑制甘草酸盐离解。试验了不同 pH 值的流动相,当 pH 值为 3.5~4.0 时,色谱峰的不对称因子变小,峰的拖尾现象消除,峰形变窄。流动相中甲醇比例为 60% 时,样品中各测定组分可达到完全分离。

高效液相色谱法测定治伤跌打丸中芍药苷

鲁 敏, 金樟照, 龚 青

(浙江省药品检验所, 浙江 杭州 310004)

治伤跌打丸收载于《浙江省药品标准》1993 年版,由赤芍、蒲黄、陈皮、五灵脂、白及、木香等 9 味药组成,具有活血止痛的功效。原标准无定量测定。赤芍具有柔肝止痛作用,芍药苷为其指标成分。为了更有效地控制药品质量,本实验采用高效液相色谱法测定样品中芍药苷,结果方法操作简便,重复性好,能有效控制本制剂的质量。

1 仪器与试剂

Agilent1100 液相色谱仪,岛津 UV-260 紫外分光光度计。

芍药苷(批号 110736-200220,供定量测定用)由中国药品生物制品检定所提供。乙腈为色谱纯,其余为分析纯。治伤跌打丸样品由杭州胡庆余堂药业有限公司提供。

2 方法和结果

2.1 色谱条件:色谱柱 Discovery C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm);乙腈-0.1%磷酸(13:87)为流动相;检测波长为 230 nm;体积流量为 1 mL/min。在

此条件下能得到较好分离,且阴性无干扰,见图 1。

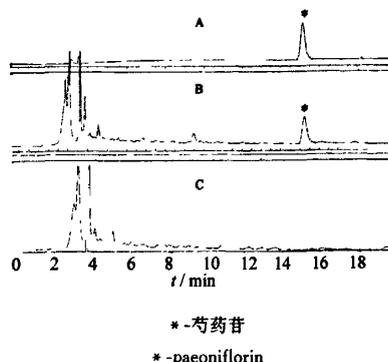


图 1 芍药苷对照品(A)、治伤跌打丸(B)和缺赤芍的阴性对照(C)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of paeoniflorin reference substance (A), Zhishang Dieda Pills (B), and negative sample without Radix Paeoniae Rubra (C)

2.2 供试品溶液的制备:取治伤跌打丸约 0.25 g,研细,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加入 50% 甲醇适

量,冷浸 30 min,超声处理 60 min,放冷,加 50% 甲醇至刻度,摇匀,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得。同法制备缺赤芍的阴性对照溶液。

2.3 线性关系考察:精密量取芍药苷对照品 28.02 mg,置于 100 mL 量瓶中,加 50% 甲醇适量使溶解,并稀释至刻度,摇匀。精密量取 5 mL,置 25 mL 量瓶中,加 50% 甲醇溶液至刻度,摇匀,制成 56.04 $\mu\text{g/mL}$ 芍药苷对照品溶液。精密量取 2、4、6、8、10、12 μL 注入液相色谱仪,测定峰面积。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,作标准曲线,并以最小二乘法计算得回归方程: $Y=1.1066X-0.4733$, $r=0.99998$,结果芍药苷在 112.08~672.48 ng 与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 精密性试验:取治伤跌打丸供试品溶液,重复进样 6 次,测定芍药苷峰面积,计算,结果其 RSD 为 2.0%。

2.5 稳定性试验:取治伤跌打丸供试品溶液,每隔 2 h 进样一次,测定芍药苷峰面积,共考察 20 h,计算,结果其 RSD 为 2.0%,显示供试品溶液至少在 20 h 内稳定。

2.6 重现性试验:精密称取批号:020401 治伤跌打丸样品 6 份,制备供试品溶液,测定峰面积,计算芍药苷的质量分数,结果芍药苷的平均质量分数为 4.898 mg/g, RSD 为 1.6%。

2.7 回收率试验:精密称取批号:020401 治伤跌打丸样品约 0.12 g(含芍药苷约 0.60 mg),共 6 份,分别精密加入芍药苷对照品 0.560 4 mg,制备供试品溶液,进样测定峰面积,计算,结果平均回收率为 98.0%,RSD 为 1.5%。

2.8 样品的测定:取 3 批样品,制备供试品溶液,进样测定,结果芍药苷的质量分数分别为 3.219 4 mg/g(批号 020405)、5.056 3 mg/g(批号 020406)、4.765 4 mg/g(批号 020407)。

3 讨论

3.1 测定波长的选择:取芍药苷适量,加 50% 甲醇制成对照品溶液,置紫外分光光度计下记录其紫外吸收光谱,结果显示芍药苷在 231.6 nm 波长处有最大吸收,为了与《中国药典》2005 年版赤芍的测定方法一致,故选择 230 nm 为测定波长。

3.2 前处理比较:直接超声处理 30 min,冷浸 30 min 后超声 1 h,冷浸 1 h 后超声处理 30 min 和回流 1、2 h 对芍药苷质量分数的影响,结果芍药苷的质量分数分别为 4.8、5.1、4.8、5.0、5.2 mg/g,显示以冷浸 30 min 后超声 1 h 较为合理。

3.3 流动相选择:本实验还采用甲醇-0.2% 磷酸溶液系统、甲醇-水系统为流动相,结果色谱峰对称性较流动相乙腈-0.1% 磷酸(13:87)差,故选择流动相乙腈-0.1% 磷酸(13:87)。

天麻的切制工艺研究

万 军^{1,2}, 周 震^{1,2}, 吴纯洁*

(1. 西南交通大学药学院, 四川 峨眉 614202; 2. 成都中医药大学, 四川 成都 610072)

天麻为兰科植物天麻 *Gastrodia elata* Blume 的干燥块茎,主产于四川、云南、贵州等地。主要功效为平肝息风止痉,用于头痛眩晕、肢体麻木、小儿惊风、癫痫抽搐、破伤风^[1]。根据《中药配方颗粒注册管理办法(试行)》有关要求,配方颗粒应以饮片投料。天麻切制工艺过去多采用冷水浸润后切片^[2,3]。李德勋等^[4]对天麻传统加工工艺进行了调查,总结了 9 种加工方法;《中国药典》2005 年版一部天麻炮制项下规定为洗净,润透或蒸软,切薄片,干燥。经实验观

察,浸润法有浸润时间长、可能导致成分流失,夏天容易霉变等缺点;蒸制法存在饮片外观颜色加深,并可导致外皮破碎,外观性状不佳等问题。考虑到相关法规载的天麻饮片加工与工业化的需求,本课题组对天麻的切制工艺进行了改进研究。

1 仪器与材料

XY-900-1 型洗药机(江苏省常熟市中药机械厂);QWZL-500 型直线往复复式切药机(杭州春江自动化研究所);LC-2010A 高效液相色谱仪(日

收稿日期:2006-06-17

基金项目:国家科学技术部科技攻关课题(2001BA701A40-7)

作者简介:万 军(1980-),男,四川自贡人,成都中医药大学 2005 级博士研究生,研究方向为中药制剂与药物分析。

Tel: (028) 80675890 E-mail: wjun1013@126.com

* 通讯作者 吴纯洁