

mg, 置 50 mL 量瓶中, 加入适量甲醇溶解, 超声处理 5 min, 取出放冷, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得 (82.5 μg/mL).

3.2.3 供试品溶液的制备: 拨云退翳丸剪碎, 取碎块 3 g, 精密称定, 加入 75 mL 3% 氨水-甲醇 (1:1), 称定质量, 超声提取 30 min, 取出放冷, 补足质量, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 续滤液, 即得, 备用。

3.2.4 阴性对照溶液的制备: 按处方量精密称取除去甘草的各药材粉末 (粉碎过 100 目), 混匀成阴性对照粉末, 自制蜜丸剂, 取碎块 3 g, 按照供试品溶液的制备方法操作, 即得。

3.2.5 标准曲线的制备: 取 82.5 μg/mL 甘草酸铵对照品溶液, 分别稀释为不同质量浓度, 用微量注射器吸取 10 μL 分别注入高效液相色谱仪, 进样测定, 记录峰面积。以峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 6 \times 10^6 X - 7164.9$, $r = 0.9992$ 结果表明甘草酸铵在 0.0825~1.650 μg 与峰面积的线性关系良好。

3.2.6 精密度试验: 精密吸取 82.5 μg/mL 甘草酸铵对照品溶液 10 μL 注入高效液相色谱仪, 进样测定, 记录峰面积, 结果其 RSD 为 0.24% (n=5)。

3.2.7 重现性试验: 精密称同一批号拨云退翳丸碎块 3.0 g, 精密称定 5 份, 制备供试品溶液, 进样测定, 记录甘草酸铵峰面积, 计算得其 RSD 为 1.4%。

3.2.8 稳定性试验: 取同一供试品溶液, 分别在 0 2 4 8 12 24 h 进样测定甘草酸铵峰面积, 计算得其 RSD 为 1.2%, 说明供试品溶液在 24 h 内稳定。

3.2.9 回收率试验: 取样品 5 份, 每份 3.0 g, 精密称定, 置于锥形瓶中, 各精密加入 0.182 mg/mL 甘草酸对照品溶液 6 mL, 制备供试品溶液, 进样测定, 计算得平均回收率为 103.2%, RSD 为 1.0%。

3.2.10 样品测定: 取 3 批拨云退翳丸剪碎, 每批称定 2 份, 每份 3.0 g, 制备供试品溶液, 微量注射器准确吸取 10 μL 注入高效液相色谱仪, 进样测定, 以外标法计算甘草酸的质量分数。色谱图见图 3 结果见表 1。

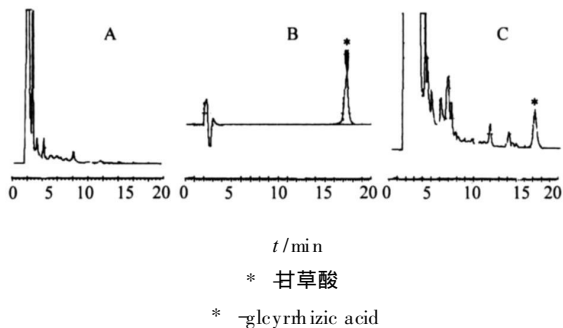


图 3 阴性对照 (A)、甘草酸对照品 (B) 和拨云退翳丸 (C) 的 HPLC 色谱图

Fig. 3 HPLC Chromatograms of negative sample (A), glycyrrhizic acid reference substance (B), and Boyun Tuiyi Pills (C)

表 1 拨云退翳丸中甘草酸的测定结果
Table 1 Determination of glycyrrhizic acid in Boyun Tuiyi Pills

批号	甘草酸 / (mg · g ⁻¹)
D542014	0.178 2
D542015	0.184 8
D542019	0.183 5

4 讨论

拨云退翳丸为传统蜜丸剂型, 具有方中药味多而比例小、含动物药、有效成分不明确的特点, 且处方中同时含有酸性成分和碱性成分, 很容易优先结合而对待测成分甘草酸的溶出形成干扰, 本实验以 3% 氨水-甲醇 (1:1) 为提取溶媒, 有效排除黄连、花椒和川芎所含生物碱的干扰。利用 HPLC 的高效分离能力, 将甘草酸从复杂的大复方蜜丸、多味药材干扰成分中分离并准确测定。

《中草药》杂志被评为“第五届中国百种杰出学术期刊”

2006 年 10 月 27 日中国科学技术信息研究所公布了“第五届中国百种杰出学术期刊”名单, 《中草药》杂志获此殊荣——“第五届中国百种杰出学术期刊”。这个名单是按照期刊指标评价体系对重要指标 (影响因子、总被引频次、他引总引比、基金论文比和即年指标) 进行打分的结果, 并在近几年来召开了 20 余场专家研讨会, 对评价指标不断进行推敲和改进而评出的。

摘自中国科学技术信息研究所《2005 年度中国科技论文统计与分析年度报告》