

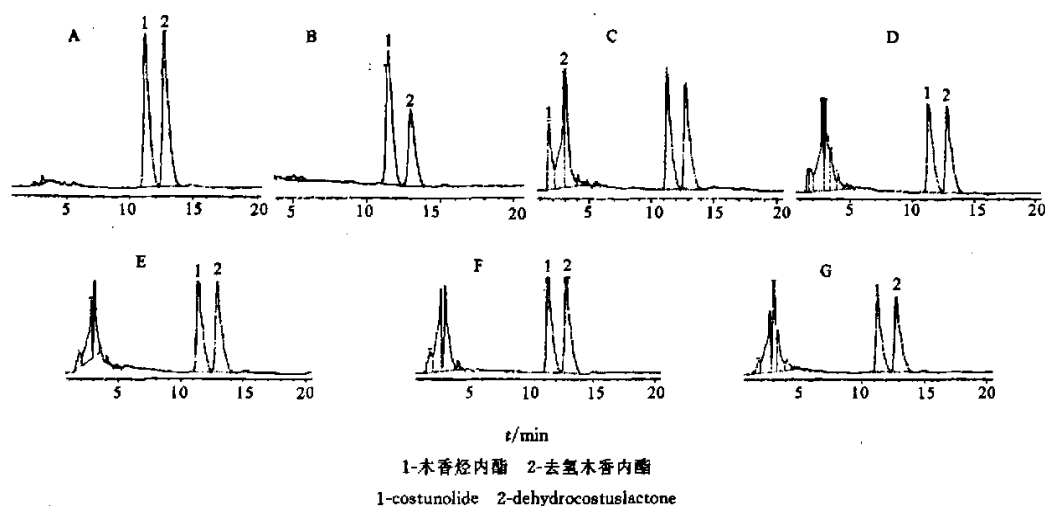


图1 混合对照品(A)、木香生品(B)、木香清炒品(C)、麸炒品(D)、麸煨品(E)、面煨品(F)和纸煨品(G)的HPLC图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of mixed reference substances (A), crude *Radix Aucklandiae* (B), fried *Radix Aucklandiae* without adding anything (C), fried *Radix Aucklandiae* by bran (D), roasting *Radix Aucklandiae* by bran (E), roasting *Radix Aucklandiae* in flour (F), and roasting *Radix Aucklandiae* in paper (G)

3 讨论

木香不同炮制品中木香烃内酯的量均有降低,而去氢木香内酯的量均有提高,原因可能是炮制后有其他物质和木香烃内酯部分转化为去氢木香内酯,这有待进一步研究的证实。不同炮制方法对木香中木香烃内酯和去氢木香内酯的量有一定影响,这对阐述木香的炮制理论有一定意义。

从目前的研究情况看,去氢木香内酯可能是木香起实肠止泻作用的主要有效成分,可通过炮制,提

高其量,以用于泄泻腹痛的治疗。

References:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai, Shanghai People's Publishing House, 1977.
- [2] Nakaya K. Basic studies for the development of anticancer, antidementia, and taste modifier drugs [J]. *Yakugaku Zasshi*, 2004, 7: 371-396.
- [3] Gong Q F. *Chinese Materia Medica Preparation* (中药炮制学) [M]. Beijing, China Press of Traditional Chinese Medicine, 1994.
- [4] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.

GC 法测定荆连软胶囊中胡薄荷酮和 β -蒎烯

杨 威¹, 周春玲^{2*}, 勾大卉³, 李庆民²

(1. 丹东市药品检验所, 辽宁 丹东 118000; 2. 辽宁省药品检验所, 辽宁 沈阳 110023;

3. 锦州鑫汇医药科技开发有限公司, 辽宁 锦州 121000)

荆连软胶囊由荆芥油、连翘油与大豆油组成,具有疏散风热、清热解毒、消肿利咽的功效,用以治疗风热感冒和急性咽炎等症。方中荆芥油来源于唇形科植物荆芥 *Schizonepeta tenuifolia* Briq. 的干燥地上部分或全草提取的挥发油,其中主要成分为胡薄荷酮^[1]。荆芥油具有明显的镇静、镇痛、抗炎、止血、抗过敏、解痉、平喘、祛痰的功效^[2]。连翘为木犀科植

物连翘 *Forsythia suspensa* (Thunb.) Vahl 的干燥果实,连翘油为连翘中的挥发油,其中主要成分为 β -蒎烯^[3,4],具有抗真菌和抗病毒作用^[5]。本实验经过反复摸索,采用毛细管气相色谱程序升温法测定胡薄荷酮和 β -蒎烯,获得了良好的分离度。

1 仪器与试药

Agilent Technologies 6890N 气相色谱仪,附工

作站。载气:氮气;氢火焰离子化检测器。

丙酮、环己酮(内标物)均为分析纯。胡薄荷酮对照品[(R)-(+)-pulegone, 质量分数为98%], 日本西格玛有限公司生产, 批号376388-IG 06626DC; β -蒎烯对照品[(-)- β -pinene, 质量分数 $\geq 99\%$], 由瑞典富鲁特奇米卡公司分装, 批号CAS89-82-7。以上对照品购于湖南长沙福科特生物化学有限公司。荆连软胶囊(每粒0.4 g)由锦州鑫汇医药科技开发有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为毛细管色谱柱 HP-5 (30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25 μ m), 固定液为5%苯基-甲基聚硅氧烷, 载气为氮气, 进样量为1 μ L, 体积流量为2 mL/min, 程序升温: 起始温度50 $^{\circ}$ C, 以6 $^{\circ}$ C/min 升至200 $^{\circ}$ C。理论板数以胡薄荷酮计算为400 000。

2.2 内标溶液的制备: 取环己酮适量, 精密称定, 用丙酮制成约含0.3 mg/mL的溶液作为内标溶液。

2.3 对照品溶液的制备: 取 β -蒎烯、胡薄荷酮对照品适量, 精密称定, 用内标溶液制成约含0.3 mg/mL的溶液作为对照品溶液。

2.4 供试品溶液的制备: 取装量差异项下本品, 精密称定内容物约27 mg, 置10 mL量瓶中, 加内标溶液溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.5 定量限的测定: 考察了 β -蒎烯和胡薄荷酮的定量限。取 β -蒎烯对照品10.31 mg, 加丙酮制成1.29 μ g/mL的溶液; 取胡薄荷酮对照品9.23 mg, 加丙酮制成2.31 μ g/mL的溶液, 分别, 进样1 μ L, 得 β -蒎烯定量限为1.29 ng, 胡薄荷酮定量限为2.31 ng。

2.6 阴性干扰试验考察: 精密量取大豆油1 μ L, 注入气相色谱仪中, 绘制气相色谱图。由色谱图显示, 在对照品色谱图相应的位置上, 大豆油在此峰位无色谱峰, 说明大豆油对测定无干扰, 方法专属性良好。对照品溶液, 供试品溶液和阴性溶液的色谱图见图1。

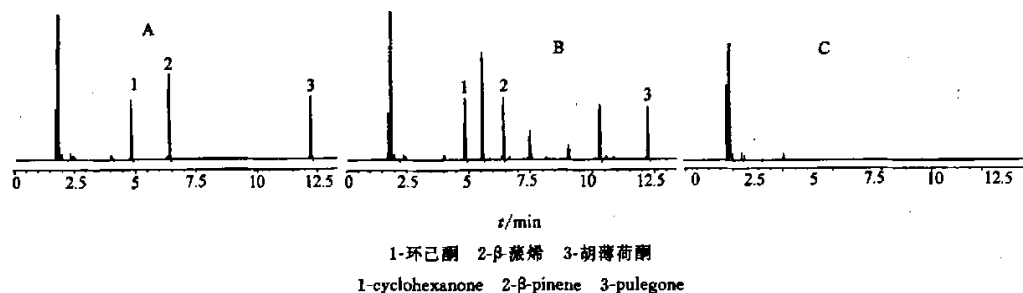


图1 对照品(A)、样品(B)与阴性(C)的GC图谱

Fig. 1 GC Chromatograms of reference substance (A), sample (B), and negative sample (C)

2.7 线性范围试验: 精密称取 β -蒎烯对照品10.68 mg, 胡薄荷酮12.51 mg, 置10 mL量瓶中, 加内标溶液0.3 mg/mL 环己酮丙酮溶液, 溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为贮备溶液; 分别精密量取贮备溶液1、2、3、4、5 mL, 分别置10 mL量瓶中, 加内标溶液稀释至刻度, 摇匀。精密量取上述溶液各1 μ L, 分别注入气相色谱仪中, 测定色谱峰面积。以进样量为横坐标(X), 与内标峰面积比值为纵坐标(Y), 线性回归, 得 β -蒎烯的线性方程为 $Y = 4.43 X + 0.023$, $r = 0.999 5$, 表明 β -蒎烯在0.107~0.534 μ g 线性关系良好; 胡薄荷酮的线性方程为 $Y = 4.19 X - 0.030$, $r = 0.999 9$, 表明胡薄荷酮在0.125~0.626 μ g 线性关系良好。

2.8 精密度试验: 取供试品溶液, 分别精密量取1 μ L, 连续进样6次, 测定色谱峰面积, 计算峰面积比值的RSD, β -蒎烯为0.46%, 胡薄荷酮为0.61%。

2.9 稳定性试验: 取供试品溶液, 分别精密量取

1 μ L, 在0、2、4、6、8 h 时间间隔, 测定色谱峰面积, 计算峰面积比值的RSD, β -蒎烯为1.8%, 胡薄荷酮为1.4%。

2.10 重现性试验: 取样品(批号040301), 精密称取6份, 分别制备供试品溶液按样品测定项下方法操作, 测得样品每粒中 β -蒎烯为41.42 mg, RSD为1.27%; 胡薄荷酮为52.06 mg, RSD为0.63%。

2.11 回收率试验: 取含 β -蒎烯10.37%、胡薄荷酮12.36%的内容物约12.5 mg, 精密称取6份, 分别精密加入 β -蒎烯对照品溶液(1.054 0 mg/mL)、胡薄荷酮对照品溶液(1.427 6 mg/mL)各1 mL, 摇匀, 制备供试品溶液, 测定, β -蒎烯平均回收率为101.0%, RSD为0.60%; 胡薄荷酮平均回收率为99.0%, RSD为0.93%。

2.12 样品测定: 按上述方法和条件测定3批样品, 按内标法计算, 测定结果见表1。

3 讨论

表1 样品中 β -蒎烯和胡薄荷酮测定结果($n=3$)Table 1 Determination of β -pinene and pulegone in sample ($n=3$)

批号	β -蒎烯/(mg·粒 ⁻¹)	胡薄荷酮/(mg·粒 ⁻¹)
040301	42.15	51.29
040302	42.15	51.54
040303	41.99	51.96

由于本样品中成分复杂,各成分的物理和化学性质不同,采用恒温法不能达到组分之间的完全分离,因此尝试不同的程序升温方式,对样品进行分离。经试验,最后确定程序升温为起始温度 50℃, 6℃/min,程度升温至 200℃,作为一个分析周期,供试品色谱图中待测组分与相邻组分分离度良好。

根据荆芥油、连翘油中的化学成分略有极性的特点,选用经典而且性能非常稳定的 5%苯基-甲基聚硅氧烷为固定液的键合交联毛细管色谱 HP-5 柱 (30 m×0.32 mm×0.25 μ m),经对现有的 5 种荆芥油和 3 批连翘油试验表明,各种成分之间分离良好。

选择内标时曾尝试对环己酮、邻苯二甲酸甲酯、邻苯二甲酸乙酯、邻苯二甲酸丁酯 4 种化合物,环己酮、邻苯二甲酸乙酯与各成分之间不发生重叠,而且相互完全分离,均可以作为内标物质,但是邻苯二甲酸乙酯保留时间长,由于采用程序升温法,峰面积的重现性有时不够理想;环己酮保留时间短,重现性好,确定环己酮作为内标物质。

References:

- [1] Yu P, Qiu Q, Cui Z J. Determination of chemical constituents of essential oil from *Schizonepeta tenuifolia* Briq. by GC-MS [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2002, 24(12): 959-962.
- [2] Xiao P G. *Modern Chinese Materia Medica* (新编中药志) [M]. Vol. II. Beijing: Chemical Industry Press, 2002.
- [3] Wei S A, Jia Y L. Studies on chemical components of volatile oils from peels and seeds of *Forsythia suspensa* (Thunb.) ahl [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1992, 12(6): 329-332.
- [4] Hao XL, Liu X, Ni Y, et al. GC Comparison of essential oil from *Forsythia suspensa* extracted by two different methods [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2002, 24(7): 534-536.
- [5] Xiao P G. *Modern Chinese Materia Medica* (新编中药志) [M]. Vol. I. Beijing: Chemical Industry Press, 2002.

RP-HPLC 法测定冠心宁冻干粉针剂中丹参素、原儿茶酸和原儿茶醛

郭小瑞, 孙 哲, 王临东, 陈晓辉, 毕开顺*

(沈阳药科大学药学院, 辽宁 沈阳 110016)

冠心宁冻干粉针剂是在冠心宁注射液基础上精制而得的中药注射用制剂。冠心宁注射液由丹参和川芎提取而得,用于治疗冠心病、心绞痛等症。方中丹参活血化瘀,祛瘀生新;川芎辛温香窜,走而不守,行血止痛,又兼行气,行气更助行血,二药伍用,活血化瘀,生新血,气血调畅,心得其养则痛止^[1]。注射液虽然起效快,但不便运输,有效成分易降解,贮存时易沉淀。冷冻干燥可以解决此类问题^[2]。冠心宁注射液的主要有效成分为丹参素、原儿茶醛、阿魏酸等酚性成分,均易降解,不利于其临床应用,故本实验在其处方基础上将其制成冠心宁冻干粉针剂,以达到提高其稳定性的目的。丹参中丹参素、原儿茶酸和原儿茶醛等水溶性成分,均具有扩张冠脉、增加冠脉流量、降低心肌耗氧量、抗血栓和改善血液循环等作用^[3,4]。关于丹参素、原儿茶酸和原儿茶醛的测定方法已有文献报道,但多采用毛细管电泳法^[5,6],少数采用高效液相色谱法梯度洗脱^[7]。本研究采用

HPLC 法等度洗脱同时对冠心宁冻干粉针剂中的丹参素、原儿茶酸和原儿茶醛进行了测定,方法稳定,操作简便,为制剂质量评价提供依据。

1 仪器与试剂

LC-10AD 高效液相色谱仪, SPD-10A 紫外检测器(日本岛津); N2000 色谱工作站(浙江大学智能信息工程有限公司)。

丹参素对照品(上海医科大学天然药物化学教研室,质量分数>98%),原儿茶酸(批号:809-200102)和原儿茶醛对照品(批号:0810-200004)(中国药品生物制品检定所);水为二次蒸馏水,甲醇、冰醋酸均为色谱纯,冠心宁冻干粉针剂为本室自制。

2 方法与结果

2.1 溶液制备

2.1.1 对照品溶液:取对照品适量,精密称定,加流动相溶解制成含丹参素 64.0 μ g/mL、原儿茶酸 10.4 μ g/mL 和原儿茶醛 3.73 μ g/mL 的对照品溶液。

收稿日期:2006-12-08

作者简介:郭小瑞(1981—),女,吉林白山人,博士在读,主要从事中药现代化研究。E-mail: arainanguo@yahoo.com.cn.

*通讯作者 毕开顺 Tel: (024)23986296 E-mail: ksbj@mail.sy.ln.cn

GC法测定荆连软胶囊中胡薄荷酮和β-蒎烯

作者：[杨威](#)，[周春玲](#)，[勾大卉](#)，[李庆民](#)
作者单位：[杨威\(丹东市药品检验所, 辽宁, 丹东, 118000\)](#)，[周春玲, 李庆民\(辽宁省药品检验所, 辽宁, 沈阳, 110023\)](#)，[勾大卉\(锦州鑫汇医药科技开发有限公司, 辽宁, 锦州, 121000\)](#)
刊名：[中草药](#)[ISTIC](#)[PKU](#)
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2007, 38 (11)

参考文献(5条)

1. Yu P; Qiu Q; Cui Z J [Determination of chemical constituents of essential oil from Schizonpetatenuifolia Briq. by GC-MS](#)[期刊论文]-[中成药](#) 2002 (12)
2. Xiao P G [新编中药志](#) 2002
3. Wei S A; Jia Y L [Studies on chemical components of volatile oils from peels and seeds of Forsythia suspensa \(Thunb\) ahl](#) 1992 (06)
4. Hao XL; Liu X; Ni Y [GC Comparison of essential oil from Forsythia suspensa extracted by two different methods](#)[期刊论文]-[中成药](#) 2002 (07)
5. Xiao P G [新编中药志](#) 2002

本文链接：http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200711023.aspx