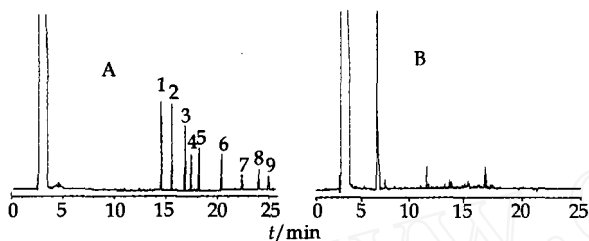


液在 8 h 内稳定, RSD 分别为 α -BHC 1.89%, PCNB 1.76%, β -BHC 1.89%, γ -BHC 1.54%。

2.8 加样回收率试验: 取同一批白术粉末 6 份, 各约 2 g, 精密称定, 分别加入 100 ng 对照品, 制备供试品溶液, 进样测定峰面积, 计算其回收率。结果 α -BHC、PCNB、 γ -BHC、 β -BHC、 δ -BHC、PP'-DDE、OP'-DDT、PP'-DDD、PP'-DDT 的平均回收率分别为: 86.8%、94.7%、90.0%、98.1%、86.4%、94.1%、93.2%、90.8%、94.7%, RSD 分别为: 1.78%、1.89%、3.56%、4.12%、1.23%、3.45%、5.00%、4.65%、1.86%。

2.9 样品测定: 取样品, 制备供试品溶液, 进样, 每份样品进样 3 次, 每次 1 μ L, 用 10 μ g/L 对照品溶液作随行对照, 采用外标法测定。色谱图见图 1, 结果见表 3。



1- α -BHC 2-PCNB 3- γ -BHC 4- β -BHC 5- δ -BHC
6-PP'-DDE 7-OP'-DDT 8-PP'-DDD 9-PP'-DDT
图 1 有机氯混合对照品溶液(A)和 041012 样品的 GC 图谱
Fig. 1 GC Chromatograms of mixed pesticide residues reference substance with organic chlorine (A) and *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* with No. 041012 (B)

4 讨论

样品实验结果表明 7 号和 8 号样品 PCNB 残

表 3 白术药材有机氯农药测定结果
Table 3 Determination of pesticide residues in *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae*

批号	质量分数/($\times 10^{-3}$ mg $\cdot$ kg $^{-1}$)			批号	质量分数/($\times 10^{-3}$ mg $\cdot$ kg $^{-1}$)		
	总 BHC	总 DDC	PCNB		总 BHC	总 DDC	PCNB
1	—	—	—	8	0.136	—	1.188
2	—	—	0.001	9	—	—	—
3	—	—	0.000	10	—	—	—
4	0.012	—	—	11	—	—	0.025
5	—	—	—	12	—	—	0.005
6	—	—	—	13	—	—	0.011
7	—	—	0.122				

— 为未检出

— undetected

留量较高, 超过了我国外贸行业《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》中的小于 0.1 mg/kg 的要求。

本实验对色谱柱进行了选择, 使用 HP-5 分析以上 10 种农药, 发现 HP-5 柱对 PP'-DDD、OP'-DDT 的分离度只达到 1.16, 而使用 DB-35MS 柱, 可在较短时间内完成分析, 分离度达到 3.0 以上。对样品处理采用超声提取-硫酸磺化法, 在用浓硫酸净化时, 可适当增加振摇时间和磺化次数, 直至硫酸层近无色, 实验证明该方法对测定白术有机氯农药残留的测定简便、结果科学可靠。

《中国药典》2005 年版并未规定白术农药残留, 但随着人们生活水平的逐步提高, 对中药的质量必然有更高的要求, 研究制定白术有机氯农药的检测方法, 为更好控制白术质量提高科学依据。

参考文献:

- [1] 张曙明, 郭怀忠, 陈建民. 甘草中有机氯类农药残留量的毛细管气相色谱测定 [J]. 药学学报, 2005, 35(8): 596-600.
- [2] 中国药典 [S]. 一部, 2005.

HPLC 法同时测定红景天中红景天苷和酪醇

易智彪¹, 赖小平¹, 许冬瑾²

(1. 广州中医药大学新药开发研究中心, 广东 广州 510006; 2. 广东康美药业股份有限公司, 广东 普宁 515300)

红景天药用历史久远, 为藏族常用药之一, 其性寒, 味甘, 涩, 具有活血止血, 清肺止咳之功效^[1]。20 世纪 70 年代, 红景天才逐渐成为我国中医的较常用药物, 并为 1977 年版《中国药典》所收录。红景天的主要有效成分是红景天苷及其苷元酪醇等^[2]。本研

究系统地考察了 HPLC 同时测定红景天中红景天苷及酪醇的方法学, 为红景天的质量标准建立提供基础。

1 仪器与试药

安捷伦 LC1100 液相色谱仪 (G1354A 四元泵,

收稿日期: 2009-01-18

作者简介: 易智彪 (1979—), 男, 博士后, 研究方向为系统生物学及中药质量控制。

Tel: (020)39358103 E-mail: zhibiao@163.com

自动进样器, DAD 检测器, VWD 检测器, 安捷伦高效液相化学工作站)。色谱柱 Dikma Kromasil C₁₈ 色谱柱 (200 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相中的甲醇、乙腈为色谱纯, 流动相中的磷酸为分析纯, 其余试剂为分析纯, 水为纯化水。

红景天苷对照品购自中国药品生物制品检定所 (批号 110818-200424 供定量测定用), 酪醇对照品购自中国药品生物制品检定所 (批号 111676-200424 供定量测定用)。

红景天药材来源于大花红景天 *Rhodiola crenulata* (Hook. f. et Thoms.) S. H. Fu, 为不同地区现场采集, 共 11 个样品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 Kromasil C₁₈ 柱, 以甲醇为流动相 A, 以乙腈为流动相 B, 以 0.1% 磷酸为流动相 C 进行梯度洗脱, 0~12.4 min: A 10%、B 2%、C 88%; 12.4~25.0 min: A 10%~4%、B 2%~1%、C 88%~95%; 25.0~30.0 min: A 4%~40%、B 1%~8%、C 95%~52%; 30.0~35.0 min: A 40%~10%、B 8%~2%、C 52%~88%; 35.0~40.0 min: A 10%、B 2%、C 88%, 体积流量为 1.0 mL/min, 柱温 25℃, 检测波长为 276 nm, 理论板数按红景天苷峰计算, 不得低于 5 000, 按酪醇峰计算, 不得低于 5 000。

2.2 对照品溶液制备: 精密称取红景天苷对照品 10.35 mg、酪醇对照品 2.32 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度。

2.3 供试品溶液的制备: 取样品粉末过 4 号筛, 精密称定 0.4 g, 置于 10 mL 量瓶中, 加水 9.5 mL, 浸泡 1 h, 超声处理 (功率 300 W, 频率 100 Hz) 50 min, 放冷, 加水至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液即得。

2.4 标准曲线制备: 精密称取红景天苷对照品、酪醇对照品适量, 加入水制成红景天苷为 1.60 mg/mL 的溶液以及酪醇为 0.30 mg/mL 的溶液各一份。再采用逐级稀释法分别制取红景天苷为 0.80、0.40、0.20、0.10、0.05 mg/mL 和酪醇为 0.15、0.075、0.038、0.019、0.009 mg/mL 的对照品标准液。精密吸取各质量浓度对照品溶液 5 μL, 分别注入液相色谱仪, 测定, 即得。结果表明, 红景天苷的回归方程为 $Y = 1\,227.71 X - 10.31$, $r = 0.999\,8$; 酪醇的回归方程为 $Y = 2\,763.37 X - 4.92$, $r = 0.999\,7$ 。红景天苷在 1.60~0.05 mg/mL 线性关系良好, 酪醇在 0.30~0.009 mg/mL 线性关系良好。

2.5 精密度试验: 分别精密吸取红景天苷和酪醇对照品溶液 5 μL, 注入液相色谱仪, 连续重复 6 次, 测

定峰面积。结果表明, 红景天苷和酪醇的峰面积的 RSD 分别为 0.4% 和 0.5%。

2.6 重现性试验: 取同一批样品, 制备 6 份供试液, 进样测定, 计算红景天苷和酪醇质量分数其 RSD 均小于 2%, 符合要求。

2.7 稳定性试验: 取供试品溶液, 分别于 0、4、8、16、24 h 进样分析, 计算红景天苷和酪醇峰面积 RSD 均小于 5.0%, 表明供试品溶液在 24 h 内基本稳定。

2.8 回收率试验: 取供试品粉末过 4 号筛, 精密称定 0.4 g, 置于 10 mL 量瓶中, 精密量取含红景天苷 3.051 mg、酪醇 0.249 5 mg 的对照品溶液 2 mL 加入量瓶, 加水 7.5 mL, 浸泡 1 h, 超声处理 (功率 300 W, 频率 100 Hz) 50 min, 放冷, 加水至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 平行操作 6 次, 得供试品溶液 6 份。进样测定, 红景天苷和酪醇的平均回收率分别为 96.8% 和 99.6%, RSD 分别为 1.1% 和 2.2%。

2.9 样品测定: 将采集的样品分别按照上述步骤制备成供试品溶液, 分别精密吸取红景天苷、酪醇对照品溶液和供试品溶液各 5 μL, 注入液相色谱仪, 采用外标法计算红景天苷和酪醇的量, 平行操作 3 次, 结果见表 1, 色谱图见图 1。

表 1 不同地区红景天药材红景天苷和酪醇测定结果 (n=3)
Table 1 Determination of salidroside and tyrosol in *Radix et Rhizoma Rhodiolae Crenulatae* from different habitats (n=3)

产地	红景天苷/%	RSD/%	酪醇/%	RSD/%
青海格尔木	1.77	0.44	0.31	2.40
西藏林芝	0.85	1.30	0.18	1.00
新疆霍城	1.33	0.18	0.12	2.88
新疆霍城	1.15	1.88	0.08	2.18
青海果洛	1.15	0.99	0.26	0.46
青海玉树	1.05	3.50	0.20	0.29
新疆伊犁	0.91	1.08	0.08	1.91
青海玛多	0.76	0.52	0.18	1.12
新疆乌鲁木齐	0.00	0.00	0.06	1.21
新疆天山	0.00	0.00	0.09	0.61
青海曲麻莱	0.00	0.00	0.00	0.00

3 讨论

3.1 波长的选择: 取红景天苷、酪醇对照品适量, 分别制成约 100 μg/mL 的溶液, 进行波长扫描, 结果红景天苷在 276 nm 处有最大吸收。酪醇在 268 nm 处有最大吸收, 考虑到酪醇在高效液相色谱仪检测器中 276 nm 紫外吸收情况也较好, 故选择 276 nm 为本方法检测波长。

3.2 流动相的确定: 选择了 3 种流动相系统及其不同流动相比比例进行比较, 包括甲醇-水、甲醇-乙腈-

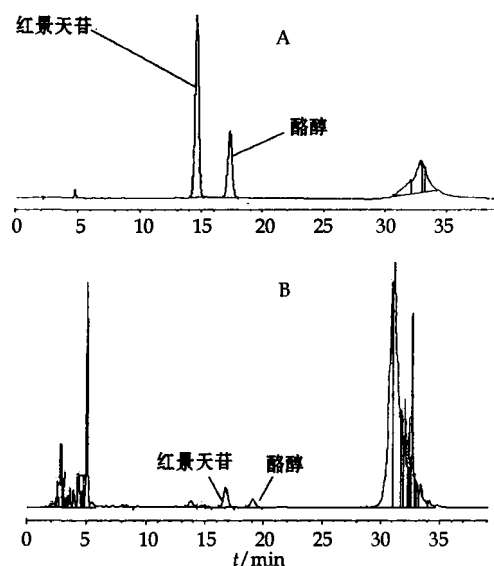


图 1 红景天苷、酪醇对照品 (A) 和样品 (B) 色谱图
Fig. 1 HPLC Chromatograms of salidroside and tyrosol reference substances (A) and sample (B)

0.1% 磷酸以及乙腈-0.1% 磷酸。结果表明,各种流动相中以甲醇-乙腈-0.1% 磷酸系统为最佳,供试品溶液红景天苷峰及酪醇峰分离度大于 1.5,对称性在 0.95~1.05,系统适用性符合相关要求。

3.3 提取溶剂的考察:分别考察甲醇、乙醇、水 3 种溶剂对药材 2 种成分提取溶出的影响。结果表明,甲醇对红景天药材中红景天苷的提取效果优于水,但差异不是很大;甲醇对红景天药材中酪醇的提取效果低于水,考虑到酪醇在药材中的量远低于红景天苷,提取效果微小下降将大幅度增加误差,同时考

虑到甲醇对操作人员及环境的不利影响,确定本方法供试品制备过程中以水为提取溶剂。

3.4 提取方式及时间的选择:超声提取法制备供试品和回流法广泛运用于中药材及中成药的分析中,本法考察了两种提取方式对红景天药材中酪醇、红景天苷两成分提取溶出的影响。结果表明,超声 10、30 min 制备所得供试品溶液红景天苷及酪醇的量最低,这两种供试品制备方法应该舍弃,超声 50 min 所得供试品溶液酪醇、红景天苷量低于回流提取所得供试品溶液,但差异不大,考虑到超声提取方式较回流提取方式简单、方便,有利于提高实验的精密性,本法采用超声 50 min 为供试品溶液提取方法。

3.5 不同地区红景天分析:从表 1 可以看出,所有测定结果 RSD 均低于 5%,完全符合分析要求。不同地区的红景天中红景天苷及酪醇量差别很大。其中青海格尔木红景天中的红景天苷和酪醇量最高,分别达到 1.77% 和 0.31%,而新疆天山红景天中红景天苷没有检测到,青海曲麻莱地区的红景天药材中红景天苷及酪醇量均没有检测到,这有可能说明两个样品可能是伪品药材。如果单从红景天苷及酪醇量来考虑的话,建议采用青海格尔木红景天做为原料药材。

参考文献:

- [1] 邵初辉. 高纯度红景天苷的制备工艺研究 [J]. 现代中药研究与实践, 2004, 18(4): 58-59.
- [2] 明海泉, 夏光成, 张瑞均. 红景天研究进展 [J]. 中草药, 1988, 19(5): 37-41.

第二届全国药物性损害与安全用药学术会议

——抗感染药物不良反应与临床安全应用专题研讨会征文通知

抗感染药物是临床使用最广泛最重要药物之一,但其一些严重不良反应、不合理用药及微生物耐药性等问题引起的危害受到医药卫生工作者的密切关注。为了使临床重视抗感染药物的安全性,避免或减少其危害,维护患者安全,药物不良反应杂志社继 2009 年首届“药物性损害与安全用药学术会议—神经精神疾病用药安全与药源性神经精神疾病防治学术会议”之后,定于 2010 年 4 月在北京召开第二届全国药物性损害与安全用药学术会议,主题为“抗感染药物不良反应与临床安全应用”。会议由药物不良反应杂志社联合中国药学会抗生素专业委员会、中华医学会呼吸病学分会感染学组和中国药学会药物临床评价研究专业委员会共同主办。届时将邀请卫生部有关领导和著名专家、学者就会议主题作重要专题报告,并进行学术交流和研讨。现将征文内容及有关事项通知如下:

一、征文内容及要求

1. 征文内容:(1)抗感染药物安全性的临床研究、基础实验研究及流行病学调查研究;(2)抗感染药物严重、罕见、新的不良反应病例报告与分析;(3)抗感染药物严重不良反应循证医学研究;(4)抗感染药物 I~IV 期临床研究中安全耐受性评价;(5)抗感染药物所致药源性疾病的临床特点、诊断和防治;(6)抗感染的药物滥用、误用、不合理预防应用及对策;(7)特殊人群与肝肾疾病患者抗感染药物的安全使用;(8)突发群体性抗感染药物不良反应的研究;(9)微生物耐药性的监测、调查与研究;(10)抗感染药物联合应用的安全性评估;(11)抗感染药品的质量与安全性;(12)抗感染药物不良反应风险因素研究;(13)抗感染药物安全性监测与管理;(14)其他相关内容。

2. 征文要求:(1)论文未在公开发行人期刊上发表或全国性学术会议上交流,文责自负;(2)综述文章不超过 5000 字,研究论文不超过 3000 字,并附 200~400 字中英文摘要;(3)征文稿请按《药物不良反应杂志》稿约要求撰写;(4)论文用电子邮件传递,请注明作者姓名、职称、单位、科室、联系电话、E-mail 及会议征文等。来稿一律不退,自留底稿。

3. 征文截止日期:截止日期 2010 年 1 月 31 日,一经录用,将另函通知。

二、优秀论文评选

大会设立优秀论文评选活动。来稿由医学、药学专家组成的评审组进行评审,对优秀论文予以奖励并颁发获奖证书,有关优秀论文将在《药物不良反应杂志》发表。

三、联系方式

地址:第二届全国药物性损害与安全用药学术会议会务组 北京市宣武区长椿街 45 号,药物不良反应杂志社 邮编:100053
联系电话:(010)83198246 传真:(010)83156049 邮箱:cadrlj@sina.com 联系人:吴瑞芳 陈冰 耿蕊