

表2 生姜酚含量测定结果(n=3)

批号	稀释倍数	吸收度	姜辣素含量 ( $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ )
20080410	25	0.808	570
20080415	25	0.826	583
20080420	25	0.858	607

#### 2.4 稳定性试验

取本品20瓶,10瓶于室温下(10~30℃)放置3个月,10瓶于冰箱内(2~10℃)放置6个月,样品的外观性状及含量测定均符合规定。

#### 2.5 刺激性试验

选2.5~3.0kg的健康家兔6只,脊柱两侧脱毛各5cm×2cm,分别为受试区和对照区,待剪毛刺激后,将生姜酚涂抹于受试区皮肤,每天两次,连续14d,并保证药液与皮肤充分接触,结果均未见水肿、红斑。表明本品无皮肤刺激性。

### 3 讨论

生姜主要成分姜辣素为多种物质(主要是6,8,10-姜酚)组成的混合物<sup>[4]</sup>,易溶于乙醇等有机溶剂,故选乙醇为溶剂。姜辣素化学性质不稳定,但其乙醇溶液(即生姜酚)

稳定性试验结果表明,本品在冷藏、避光条件下可储藏6个月。姜辣素尚无纯品,因香草醛与姜辣素的基本母核相似,将香草醛乙醇溶液与生姜酚乙醇稀液分别在200~400nm波长范围内进行光谱扫描,结果发现两者在279nm波长处都有最大吸收,与报道比较结果基本一致<sup>[3]</sup>,故选取279nm为测定波长,香草醛为对照品。生姜中姜辣素为6,8,10-姜酚的混合物,其平均分子量为304.46,香草醛的分子量为152.15,故姜辣素与香草醛的换算系数应取2.001(304.46/152.15)<sup>[3]</sup>。

#### 参 考 文 献

- 1 张春玲,杨理会,白学敏,等. 正交实验法优选生姜酚的制备工艺[J]. 海峡药学,2008,20(10):31-32
- 2 中国药典[S]. 2005年版一部. 附录11
- 3 李风华,张利民,孙淑华,等. 生姜中姜辣素的提取及测定的研究[J]. 东北农业大学学报,2007,38(6):746-479
- 4 蒋苏贞,宓德卿,王宁生. 姜辣素的化学成分研究概述[J]. 中药新药与临床药理,2006,17(5):386-389

(2009-03-31 收稿 2009-07-28 修回)

## HPLC法测定防风通圣丸中大黄素、大黄酚的含量

赵排风 (灵宝市食品药品检验所 河南灵宝 472500) 蔡旭升 赵晓波 (三门峡市食品药品检验所)

**摘要** 目的:建立防风通圣丸中大黄素、大黄酚的含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法,色谱柱:Diamonsil C<sub>18</sub>(250mm×4.6mm,5 $\mu\text{m}$ ),流动相:甲醇-0.1%磷酸溶液(85:15),检测波长:254nm。结果:大黄素和大黄酚分别在3.95~63.20 $\mu\text{g}$ ( $r=0.9999$ )和6.28~100.40 $\mu\text{g}$ ( $r=0.9993$ )之间线性关系良好,大黄素的平均加样回收率为98.80%,RSD为0.44%;大黄酚的平均加样回收率为98.88%,RSD为0.13%。结论:该方法准确可靠,分离度好,可用于防风通圣丸的质量控制。

**关键词** 防风通圣丸;大黄素;大黄酚;高效液相色谱法

中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1008-049X(2009)11-1590-03

### Determination of Emodin and Chrysophanol in Fangfengtongsheng Pill by HPLC

Zhao Paifeng(Lingbao Institute for Food and Drug Control, Henan, Lingbao. 472500, China) Cai Xusheng, Zhao Xiaobo(Sanmenxia Institute for Food and Drug Control)

**ABSTRACT Objective:** To establish a method to determine the content of emodin and chrysophanol in Fangfengtongsheng pill.

**Method:** HPLC was used. The separation was performed on Diamonsil C<sub>18</sub>(250mm×4.6mm,5 $\mu\text{m}$ ) with methanol-0.1% phosphoric acid(85:15) as mobil phase the detecting wavelength was at 254nm. **Result:** Emodin and chrysophanol showed a good linear relationship within the range of 3.95-63.2 $\mu\text{g}$ ( $r=0.9999$ ) and 6.28-100.40 $\mu\text{g}$ ( $r=0.9993$ ), respectively, the average recovery of emodin was 98.80% with RSD of 0.44%. the average recovery of chrysophanol was 98.88% with RSD of 0.13%, respectively. **Conclusion:** This method is accurate, and also has good separating degree. It can be used in quality control of Fangfengtongsheng pill.

**KEY WORDS** Fangfengtongsheng pill; Emodin; Chrysophanol; HPLC

防风通圣丸是由防风、大黄、麻黄、当归、白芍等十七味药制成的中药复方制剂,收载于《中国药典》2005年版一部<sup>[1]</sup>,具解表通里,清热解暑。用于外寒内热,表里俱实,恶寒壮热,头痛咽干,小便短赤,大便秘结,风疹湿疮。其中大

黄是该制剂的主要成分之一,用量为50g,主要成分为大黄素、大黄酚等<sup>[2]</sup>,具泄热通肠,凉血解毒,逐瘀通经功效<sup>[1]</sup>。笔者对现行药典标准进行了提高,增加了大黄的含量测定。结果表明该方法准确可靠,分离度好,可用于防风通圣丸的

作者简介:赵排风,女,副主任药师,主要从事药品质量检验及实验室管理工作。 Tel:15333988678 E-mail:zpaifeng\_yjs@163.com

质量控制。

1 仪器与试剂

岛津 2010 高效液相色谱仪; 大黄素对照品 (批号: 110756-200110, 中国药品生物制品检定所); 大黄酚对照品 (批号: 110796-200615, 中国药品生物制品检定所); 防风通圣丸 (市售, 批号: 080101、070903、080802); 甲醇为色谱纯, 磷酸为分析纯, 水为重蒸蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsi C<sub>18</sub> (250mm × 4.6mm, 5μm); 流动相: 甲醇-0.1%磷酸溶液 (85:15); 流速: 1.0ml·min<sup>-1</sup>; 检测波长: 254nm; 进样量 10μl; 柱温: 30℃; 理论塔板数按大黄素峰计算应不低于 2000。

2.2 溶液制备

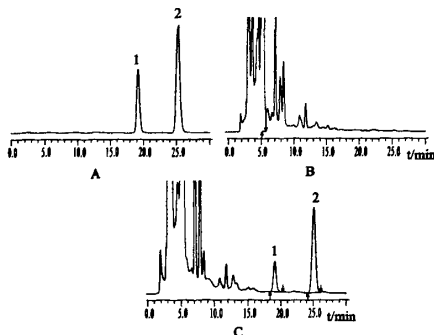
2.2.1 对照品溶液 分别精密称取大黄素对照品 1.58mg 和大黄酚对照品 2.51mg, 加无水乙醇-乙酸乙酯 (2:1) 混合液定容至 100ml, 得对照品溶液 (大黄素 15.80μg·ml<sup>-1</sup>, 大黄酚 25.10μg·ml<sup>-1</sup>)。

2.2.2 供试品溶液 取本品适量研细, 精密称取 3.0g, 置锥形瓶中, 精密加乙醇 25ml, 密塞, 称定重量, 置水浴上加热回流 1h, 放冷, 用乙醇补足减失的重量, 滤过, 精密量取续滤液 10ml, 置烧瓶中, 水浴蒸干, 加 30% 乙醇-盐酸 (10:1) 混合溶液 15ml, 置水浴中加热回流 1h, 立即冷却, 用三氯甲烷强力振摇提取 4 次, 每次 15ml, 合并三氯甲烷液, 置水浴上蒸干, 残渣用无水乙醇-乙酸乙酯 (2:1) 混合溶液溶解, 移至 25ml 量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.3 阴性样品溶液的制备 取缺大黄的处方, 按标准制备缺大黄的阴性制剂, 按供试品溶液制备方法制备阴性样品溶液。

2.3 系统适应性试验

精密吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性样品溶液各 10μl, 按“2.1”项下色谱条件进样。结果, 供试品与对照品和大黄酚对照品在对应的位置上出现色谱峰, 且供试品色谱峰中基线平稳, 分离度良好; 阴性样品在该位置上无色谱峰出现, 表明阴性样品溶液不干扰样品测定。见图 1。



A. 对照品 B. 阴性样品 C. 供试品 1. 大黄素 2. 大黄酚

图 1 HPLC 色谱图

2.4 线性关系考察

精密称取大黄素对照品 6.32mg 和大黄酚 10.04mg 加无水乙醇-乙酸乙酯 (2:1) 混合液定容至 100 ml, 得对照品储

备液, 用上述混合液分别稀释 0, 2, 4, 8, 16 倍制成一系列线性溶液, 每个浓度点进样 2 次, 每次进样 10μl, 按“2.1”项下色谱条件测定峰面积, 以峰面积 (Y) 为纵坐标, 以浓度 (X) 为横坐标进行线性回归, 大黄素回归方程为  $Y = 37284.00X + 359.85$  ( $r = 0.9999$ ), 大黄酚回归方程为  $Y = 52710.30X + 69476.62$  ( $r = 0.9993$ )。结果表明, 大黄素在 3.95 ~ 63.20 μg、大黄酚在 6.28 ~ 100.40 μg 范围内浓度与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验

精密吸取对照品溶液, 按“2.1”项下色谱条件重复进样 6 次, 每次 10μl, 测定峰面积。结果大黄素 RSD 为 0.19%, 大黄酚 RSD 为 0.21%, 表明精密度良好。

2.6 稳定性试验

精密吸取样品溶液 10μl, 分别在 0, 2, 4, 6, 8, 12h 进样, 测定峰面积。结果大黄素 RSD 为 1.96%, 大黄酚 RSD 为 0.35%, 表明样品溶液在 12h 内稳定性良好。

2.7 重复性试验

取同一批 (批号: 080101) 样品适量, 共 6 份, 按“2.2.2”项下方法制成供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件测定其含量。结果大黄素平均含量为 0.31 mg·g<sup>-1</sup> RSD 为 1.6%; 大黄酚平均含量为 0.50 mg·g<sup>-1</sup> RSD 为 0.96%, 表明方法重复性好。

2.9 加样回收率试验

取已知含量的同一批 (批号: 080101) 样品 (大黄素含量为 0.31 mg·g<sup>-1</sup>, 大黄酚含量为 0.50 mg·g<sup>-1</sup>) 适量, 共 5 份, 定量加入大黄素对照品、大黄酚对照品适量, 按“2.2.2”项下方法制成供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件测定, 计算回收率。结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果 (n=5)

测定成分	取样量 (g)	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
大黄素	1.5095	0.4695	0.4740	0.9314	98.72	98.80	0.44
	1.5071	0.4687	0.4740	0.9349	99.17		
	1.5038	0.4677	0.4740	0.9352	99.31		
	1.5061	0.4684	0.4740	0.9257	99.23		
	1.5046	0.4679	0.4740	0.9286	99.59		
大黄酚	1.5095	0.7487	0.7530	1.4876	99.06	98.88	0.13
	1.5071	0.7475	0.7530	1.4832	98.85		
	1.5038	0.7459	0.7530	1.4799	98.73		
	1.5061	0.7470	0.7530	1.4822	98.81		
	1.5046	0.7463	0.7530	1.4839	98.97		

2.9 样品含量测定

取不同批号的 3 份样品, 按“2.2.2”项下方法制成供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件测定大黄素、大黄酚的含量。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果 (n=3)

测定成分	批号	含量 (mg·g <sup>-1</sup> )
大黄素	080101	0.31
	080802	0.31
	070903	0.32
大黄酚	080101	0.50
	080802	0.49
	070903	0.50

## 异福酰胺注射液稳定性考察

陈靖曦 (武汉市医疗救治中心 武汉 430023) 薛大权 (湖北中医学院)

**摘要 目的:** 考察异福酰胺注射液的稳定性。**方法:** 采取经典的加速实验方法, 选用 Hypersil C<sub>18</sub> 色谱柱, 流动相为甲醇-pH4.5 磷酸盐缓冲液(70:30)和甲醇-pH3.0 磷酸盐缓冲液(8:92), 流速 1 ml·min<sup>-1</sup>, 检测波长 340nm 和 286nm。**结果:** 异福酰胺注射液中组分稳定时间: 利福平约为 28 个月, 异烟肼约为 18 个月, 吡嗪酰胺约为 23 个月。**结论:** 异福酰胺注射液稳定时间约为 18 个月。

**关键词** 高效液相色谱法; 异福酰胺注射液; 稳定性

**中图分类号:** R944.1\*1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1008-049X(2009)11-1592-02

### Inspection on Stability of Rifampicin, Isoniazid and Pyrazinamide Sodium Injection

Chen Jingze (Wuhan Medical Treatment Center, Wuhan 430023, China); Xue Daquan (Hubei University of Traditional Chinese Medicine)

**ABSTRACT Objective:** To explore the stability of rifampicin, isoniazid and pyrazinamide in sodium injection. **Method:** The classical accelerate-experimentation was used. The chromatographic column was Hypersil C<sub>18</sub> column, the mobile phase was methanol-phosphate buffer solution (pH4.50) (70:30) and methanol-phosphate buffer solution (pH3.0) (8:92), the flow rate was 1 ml·min<sup>-1</sup>, detective wavelengths were at 340nm and 286nm. **Result:** The steady time of rifampicin, isoniazid, and pyrazinamide was twenty-eight months, eighteen months and twenty-three months in sodium injection, respectively. **Conclusion:** The steady time of rifampicin, isoniazid and pyrazinamide sodium injection is eighteen months.

**KEY WORDS** HPLC; Rifampicin isoniazid and pyrazinamide sodium injection; Stability

结核病是严重危害人类健康的慢性传染性疾病, 目前多采用联合用药, 利福平、异烟肼和吡嗪酰胺的组合口服剂已向世多年, 但无组合介入注射剂产品。异福酰胺注射液是含高浓度利福平、异烟肼和吡嗪酰胺的复方抗结核药物, 对结核杆菌有较强的杀菌作用<sup>[1]</sup>。我院开展了全身抗结核药物治疗的同时, 配合局部介入异福酰胺注射液的治疗, 其疗程短, 不良反应少, 取得较好的临床疗效<sup>[2]</sup>。本文对该注射液的稳定性进行考察。

#### 1 仪器与试剂

LC-6A 高效液相色谱仪 (日本岛津), 超级恒温水浴锅 (重庆科技仪器厂), Metter AE260 电子天平 (瑞士梅特勒), 利福平 (批号: 130496-200702, 中国药品生物制品检定所)、异烟肼 (批号: 100578-200401, 中国药品生物制品检定所)、

吡嗪酰胺对照品 (批号: 100178-200403, 中国药品生物制品检定所); 异福酰胺注射液 (批号: 080528, 由武汉市医疗救治中心提供); 甲醇为色谱纯; 磷酸二氢钠、磷酸氢二钠、磷酸均的分析纯。

#### 2 方法与结果

##### 2.1 异福酰胺注射液的处方与制备

2.1.1 处方<sup>[2]</sup> 利福平 24g, 异烟肼 16g, 吡嗪酰胺 50g, 氯化钠 7g, 磷酸二氢钠 3g, 磷酸氢二钠 6g, 丙二醇 400ml, 加二次纯化水至 1000ml。

2.1.2 制备方法 将磷酸二氢钠 3g, 磷酸氢二钠 6g, 溶解于 1000ml 纯化水中, 测 pH6~7。取新配制的磷酸盐溶液 500ml 煮沸, 加入吡嗪酰胺使溶解, 将利福平加丙二醇 400ml 搅拌溶解后, 加入至煮沸的吡嗪酰胺溶液中, 最后加入异烟

作者简介: 陈靖曦, 男, 学士, 主管药师, 主要从事医院药学工作。 Tel: 13886088066 E-mail: cjze@163.com

#### 3 讨论

3.1 大黄的主要化学成分有蒽醌类化合物; 蒽醌类成分主要为大黄素、大黄酚等具有导滞通便, 利水通淋, 舒肝利胆, 泻火解毒, 祛瘀消微, 止血, 止吐, 止痛等功效。故本研究用高效液相色谱法测定制剂中大黄素、大黄酚的含量, 以控制药品的质量。

3.2 参照《中国药典》2005 年版一部<sup>[1]</sup> 大黄素、大黄酚在 254nm 处有较好的吸收度。用不同的流动相甲醇-水 (80:

20)、甲醇-0.1% 磷酸 (70:30)、甲醇-0.1% 磷酸 (85:15) 进行试验, 结果发现用流动相甲醇-0.1% 磷酸 (85:15) 时主峰的分度, 理论塔板数, 拖尾因子等参数均符合要求。

#### 参 考 文 献

- 1 中国药典[S]. 2005 年版. 一部. 456, 17, 328
- 2 李铁强, 白岩, 梁帅. 高效液相色谱法测定乙肝解毒胶囊中大黄素和大黄酚的含量[J]. 中国药事, 2006, 20(9): 536

(2009-06-01 收稿 2009-07-24 修回)

## HPLC法测定防风通圣丸中大黄素、大黄酚的含量

作者: [赵排风](#), [蔡旭升](#), [赵晓波](#), [Zhao Paifeng](#), [Cai Xusheng](#), [Zhao Xiaobo](#)  
作者单位: [赵排风, Zhao Paifeng \(灵宝市食品药品检验所, 河南灵宝, 472500\)](#), [蔡旭升, 赵晓波, Cai Xusheng, Zhao Xiaobo \(三门峡市食品药品检验所\)](#)  
刊名: [中国药师](#) **ISTIC**  
英文刊名: [CHINA PHARMACIST](#)  
年, 卷(期): 2009, 12(11)  
被引用次数: 1次

### 参考文献(2条)

1. [李铁强;白岩;梁帅 高效液相色谱法测定乙肝解毒胶囊中大黄素和大黄酚的含量](#)[期刊论文]-[中国药事](#) 2006(09)
2. [中国药典\(一部\)2005年版](#)

### 本文读者也读过(10条)

1. [陈恩瑜 HPLC法测定玉屏风口服液中升麻苷和5-0-甲基维阿米醇苷含量](#)[期刊论文]-[海峡药学](#)2004, 16(3)
2. [刘素香. 万军 HPLC法测定玉屏风口服液中升麻苷的含量](#)[期刊论文]-[中草药](#)2004, 35(12)
3. [姚丽佳. 冉海琳. Yao Lijia. Ran Hailin 反相高效液相色谱法测定防风通圣丸中黄芩苷含量](#)[期刊论文]-[中国药业](#)2010, 19(4)
4. [赵春香. 刘震凌. 王丽娜. 王明慧 HPLC法测定颈痛灵药酒中大黄素的含量](#)[期刊论文]-[中国药品标准](#)2003, 4(5)
5. [张健民. 蒋三员 蛇伤药酒的质量控制](#)[期刊论文]-[蛇志](#)2003, 15(1)
6. [胡元奎 防风通圣丸巧治常见病](#)[期刊论文]-[医药与保健](#)2002, 10(12)
7. [潘莹. 江海燕. 黄拓. 张林丽. PAN Ying. JIANG Hai-yan. HUANG Tuo. ZHANG Lin-li 虎杖不同酒制品大黄素及大黄酸含量比较](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2007, 18(10)
8. [卞超. 孙海艳 大黄中大黄酸和大黄素提取工艺研究](#)[期刊论文]-[健康必读\(下旬刊\)](#) 2012(4)
9. [林佩斌. 张建. LIN Pei-bin. ZHANG Jian-zhen 医院制剂跌打药酒的质量标准研究](#)[期刊论文]-[今日药学](#) 2008, 18(3)
10. [谭志国. 雷鹏. 李新中. 李媛. TAN Zhi-guo. LEI Peng. LI Xin-zhong. LI Yuan 高效液相色谱法测定大黄不同炮制品中没食子酸的含量](#)[期刊论文]-[中南药学](#)2007, 5(5)

### 引证文献(1条)

1. [侯志坚. 师永清 双波长HPLC同时测定防风通圣丸中栀子苷和黄芩苷的含量](#)[期刊论文]-[中国实验方剂学杂志](#) 2011(24)

本文链接: [http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical\\_zgys200911039.aspx](http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgys200911039.aspx)