

0.427 2 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 。

2.10 样品含量测定

分别精密吸取6个批次的健脑合剂各1.0 ml,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,进样分析,以外标法计算含量,结果见表3。

表3 样品含量测定结果($n=3, \mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$)

批号	大黄素	齐墩果酸
110411	10.66	30.14
110418	10.86	29.52
110425	10.51	29.73
均值	10.68	29.80

3 讨论

3.1 检测波长的选择

用二极管阵列检测器分别对大黄素和齐墩果酸的对照品溶液进行全波长扫描,结果显示,大黄素在254 nm波长处有最大吸收,齐墩果酸的最大吸收波长为208 nm,故选择254 nm和208 nm作为检测波长。

3.2 流动相的选择

采用不同的浓度的醋酸水溶液-甲醇作为流动相进行试验,结果表明:当醋酸浓度超过0.1%时,各峰形对称,故选择0.1%醋酸水溶液-甲醇作为流

动相进行梯度洗脱。

3.3 小结

含量测定结果显示每1 ml健脑合剂中含大黄素10.68 μg ,齐墩果酸29.80 μg ,RSD均小于1.64%,制剂工艺稳定。本文采用HPLC法同时测定首乌藤中大黄素和女贞子中齐墩果酸的含量,方法简单,结果准确可靠,可用于健脑合剂的质量控制。

参 考 文 献

- 1 蔡素华,陆润基.健脑合剂的制备及质量控制[J].时珍国医国药,2006,17(5):786
- 2 郭社民.HPLC法测定健脑合剂中氨基比林和咖啡因的含量[J].中国药师,2000,3(2):97
- 3 郑绍忠,曾勉治,张荣.复方首乌藤口服液治疗神经衰弱性失眠的临床疗效观察[J].海峡药学,2003,15(4):72-73
- 4 叶光明,陈云红,姜云云,等.高效液相色谱法测定不同产地首乌藤中大黄素的含量[J].第二军医大学学报,2007,28(1):114-115
- 5 欧阳,张永萍,徐剑,等.女贞子复方中药对老年雌性小鼠神经内分泌-免疫功能调节作用的实验研究[J].贵阳中医学院学报,2011,33(2):18-19
- 6 黄宝美,姚程炜,边清泉,等.毛细管电泳-安培检测法测定女贞子中齐墩果酸的含量[J].化学研究与应用,2011,23(3):350-352

(2011-09-04 收稿 2011-11-02 修回)

芪 芩 散 质 量 标 准 的 研 究

戴卫红 李云霞 孙成宏 (解放军白求恩国际和平医院 石家庄 050082)

摘要 目的:建立芪芩散的质量标准。方法:采用TLC法,对方中的黄芪和当归两味药材进行定性鉴别;采用HPLC法, Diamonsil C₁₈色谱柱(150 mm×4.6 mm,5 μm),以甲醇-水-磷酸(54:46:0.6,用三乙胺调节pH 6.0)进行洗脱,在280 nm处测定芪芩散中延胡索乙素的含量。结果:在薄层色谱中均能检测出黄芪和当归的成分,空白对照无干扰;延胡索乙素在5.97~59.70 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 范围内质量浓度与峰面积呈良好的线性关系,平均回收率为100.1% (RSD=1.68%, $n=9$)。结论:建立的方法准确度高、重复性好,可作为芪芩散的质量控制方法。

关键词 芪芩散;延胡索乙素;薄层色谱;高效液相色谱法

中图分类号:TQ460.7⁺2 文献标识码:A 文章编号:1008-049X(2012)01-0063-03

Study on Quality Standard of Qiji Powders

Dai Weihong, Li Yunxia, Sun Chenghong (Bethune International Peace Hospital of PLA, Shijiazhuang 050082, China)

ABSTRACT Objective: To establish a quality standard of Qiji powders. **Method:** TLC was used to identify the two herbal plants of the prescription: *Radix Astragali* and *Radix Angelicae sinensis*. The analysis of tetrahydropalmatine was performed on Diamonsil C₁₈ (150 mm×4.6 mm, 5 μm) column with the mobile phase of methanol-water-phosphoric acid (54:46:0.6, adjusting pH to 6.0 with triethylamine), and the detection wavelength was 280 nm. **Result:** Components of the two herbals were detected by TLC without negative interference. The linear calibration curve was obtained within the concentration range of 5.97-59.70 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$. The average recovery of tetrahydropalmatine was 100.1% (RSD=1.68%, $n=9$). **Conclusion:** The method is precise and reproducible, which can be used to control the quality of Qiji powders.

KEY WORDS Qiji powders; Tetrahydropalmatine; TLC; HPLC

芪芩散是由黄芪、党参、茯苓、白及、当归、延胡索、木香、黄芩、瓦楞子(煨)和甘草十味中药经

提取加工制成的散剂(制剂许可证号:北20062HZQ)。具有健胃止痛的作用,用于治疗十二指肠球部溃疡、胃溃疡、十二指肠球炎,为本院自制制剂。为了有效控制其质量,确保临床患者用药的安全有效,采用薄层色谱法对其中的3味药材进行定性鉴别;采用高效液相色谱法测定延胡索乙素的含量。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 型高效液相色谱仪(包括 G1322 型在线脱气机, G1311A 型四元泵, G1313A 型自动进样器, G1314A 型紫外检测器, A.08 化学工作站);色谱柱 Diamonsil C₁₈ (150 mm × 4.6 mm, 5 μm); BT-211D 型电子分析天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司); pH S-3B 精密 pH 计(上海雷磁仪器厂); CSB-3L-120 型超声波清洗器(天津市考德斯科技有限公司, 120 W, 高频); DK-98-1 型恒温水浴锅(天津市考德斯科技有限公司); 851-2 远红外快速干燥箱(上海向阳无线电元件厂); ZF-2 型三用紫外仪(上海市安亭电子仪器厂); 薄层色谱用预制硅胶 G 板(青岛海洋化工厂分厂)。

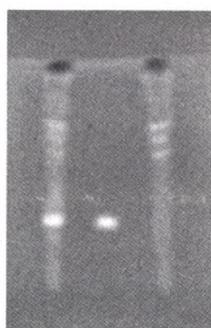
对照药材和对照品均由中国药品生物制品检定所提供, 黄芪甲苷(批号: 0781-200109)、当归(批号: 120927-200411)、延胡索乙素(批号: 110726-200409); 芪苈散, 本院制剂室提供(批号: 20100526、20100811、20101121); 甲醇和三乙胺为色谱纯, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱鉴别^[1]

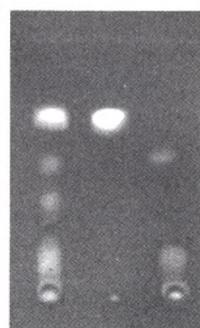
2.1.1 黄芪 取本品 8 g, 加甲醇 30 ml, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 20 ml 使溶解, 加水饱和的正丁醇振摇提取 2 次, 每次 20 ml, 合并正丁醇液; 加氨试液振摇洗涤 2 次, 每次 20 ml; 取正丁醇液蒸干, 残渣加甲醇 1 ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品, 加甲醇制成每 1 ml 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取供试品溶液 5 μl, 对照品溶液 3 μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-水(13:7:2)的下层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 ℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 日光下显相同颜色的斑点; 置紫外光灯(365 nm) 下显相同颜色的荧光斑点, 见图 1。

2.1.2 当归 取本品 2 g, 加乙醇 20 ml, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液挥至 5 ml, 作为供试品溶液。另取当归对照药材 0.2 g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述两种溶液各 10 μl, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上。以甲苯-醋酸乙酯(9:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点, 见图 2。



1. 供试品
2. 黄芪甲苷对照品
3. 阴性对照

图 1 黄芪 TLC 图谱



1. 供试品
2. 当归对照药材
3. 阴性对照

图 2 当归 TLC 图谱

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件^[2,3] 色谱柱: Diamonsil C₁₈ (150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-磷酸(54:46:0.6, 用三乙胺调节 pH 6.0); 流速: 1.0 ml · min⁻¹; 检测波长: 280 nm; 柱温: 50 ℃; 进样量: 10 μl。

2.2.2 溶液的配制

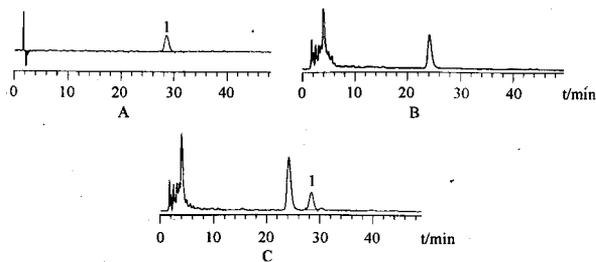
2.2.2.1 对照品溶液 精密称取延胡索乙素对照品 11.94 mg, 置 100 ml 量瓶中, 甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为母液。采用倍数稀释法将母液用甲醇稀释 2, 4, 8, 12, 16, 20 倍作为对照品溶液。

2.2.2.2 供试品溶液^[4] 取本品约 4 g, 精密称定, 置 100 ml 锥形瓶中, 加浓度为 5% 的氢氧化钠溶液 50 ml, 超声 30 min, 离心(3 000 r · min⁻¹) 7 min, 倾出上清液, 同法操作 3 次。合并上清液, 并用乙醚提取, 每次 50 ml, 提取 4 次。合并乙醚提取液, 蒸干, 残渣加 50% 甲醇溶解, 转移至 10 ml 量瓶中, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

2.2.2.3 阴性样品溶液 按处方比例称取除延

胡索以外的其余药材,按芪芩散的制备工艺制成阴性样品;按“2.2.2.2”供试品溶液项下方法操作,制成缺芪芩散的阴性样品溶液。

2.2.3 干扰试验 分别取对照品溶液、供试品溶液和阴性样品溶液注入液相色谱仪,在该色谱条件下,延胡索乙素的保留时间为28.4 min。阴性样品测定无干扰。结果见图3。



A. 对照品 B. 阴性样品 C. 供试品 1. 延胡索乙素

图3 HPLC 色谱图

2.2.4 线性关系考察 精密吸取“2.2.2.1”项下的系列对照品溶液10 μl ,注入高效液相色谱仪进行分析,记录延胡索乙素色谱峰面积。以峰面积(Y)对浓度(X)进行回归运算,延胡索乙素的回归方程为 $Y = 9.5536X + 0.963$, $r = 0.9998$;结果表明延胡索乙素在 $5.97 \sim 59.70 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 浓度范围内,浓度与峰面积呈良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验 取“2.2.2.1”项下的对照品溶液,按上述色谱条件连续进样6次,测得延胡索乙素色谱峰面积的RSD为1.23%。

2.2.6 重复性试验 取芪芩散样品(批号:20100526),按“2.2.2.2”项下的制备方法,平行制备5份供试品溶液,分别测定含量。延胡索乙素的平均含量为 $0.064 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$,RSD为1.77% ($n = 5$)。

2.2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液(批号:20100526),分别在0,2,4,6,8,12 h时进样,测定延胡索乙素峰面积,RSD为1.71% ($n = 6$)。结果表明供试品溶液在12 h内稳定。

2.2.8 加样回收率 精密称取已知含量的样品

(批号:20100526),分别加入低、中、高三种浓度的对照品溶液,按“2.2.2.2”供试品溶液项下操作,各精密吸取10 μl ,注入液相色谱仪进行分析,记录延胡索乙素峰面积。测得延胡索乙素的平均回收率为100.1% ($RSD = 1.68\%$, $n = 9$)。

2.2.9 样品含量测定 取3批芪芩散,按“2.2.2.2”项下方法操作,注入液相色谱仪进行分析,以外标法计算延胡索乙素的含量。结果见表1。

表1 芪芩散中延胡索乙素的含量测定结果($n = 3$)

批号	延胡索乙素含量($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
20100526	0.063
20100811	0.068
20101121	0.057

3 讨论

3.1 芪芩散含药味较多,成分复杂,在提取延胡索乙素,测定其含量时,采用了多种方法,特别是碱化这一环节。本文参考了很多文献,大多数采取的是用氨水碱化,乙醚提取,或用乙醇提取,中性氧化铝柱分离,经多次试验,延胡索乙素的提取率较低,后经试验,用氢氧化钠溶液可以有效地将其提取出。

3.2 试验中曾使用甲醇-水-磷酸为流动相,分离效果很差,后经试验,pH对保留时间和峰形有较大影响,pH为6时,峰形较好;柱温增加到 $50 \text{ }^\circ\text{C}$,保留时间缩短,有效地增加了主峰与杂峰的分度。

参 考 文 献

- 1 中国药典[S]. 2005年版. 一部. 附录31-32
- 2 肖满民,刘灿辉,叶玉华. 天元胶囊的质量标准研究[J]. 中医药导报,2010,16(5):106-108
- 3 傅永锦,李建英. HPLC法测定肠炎清合剂中延胡索乙素的含量[J]. 中国药师,2010,13(12):1760-1761
- 4 郑国平. 高效液相色谱法测定银黄颗粒中延胡索乙素的含量[J]. 中国药业,2004,13(8):42-43

(2011-07-08 收稿 2011-09-26 修回)

《药物流行病学杂志》——一本与药有关的人士不能不看的科技核心期刊

中国药学会主办,月刊,刊号 ISSN 1005-0698/CN 42-1333/R. 邮发代号:38-187,2012年每期定价9元。编辑部地址:湖北省武汉市兰陵路2号,邮编:430014;电话:027-82778580,82835077;在线投稿及查询网址:<http://www.cnjpe.org/ch/author/login.aspx>;电子邮箱:cnjpetg@163.com,cnjpe@g163.com,acjpe077@public.wh.hb.cn;杂志网址:<http://www.cnjpe.org>。

芪芩散质量标准的研究

作者: [戴卫红](#), [李云霞](#), [孙成宏](#), [Dai Weihong](#), [Li Yunxia](#), [Sun Chenghong](#)
作者单位: [解放军白求恩国际和平医院 石家庄050082](#)
刊名: [中国药师](#) 
英文刊名: [China Pharmacist](#)
年, 卷(期): 2012, 15(1)

参考文献(4条)

1. [中国药典一部](#) 2005
2. [郑国平](#) 高效液相色谱法测定银黄颗粒中延胡索乙素的含量 2004(08)
3. [傅永锦](#); [李建英](#) HPLC法测定肠炎清合剂中延胡索乙素的含量[期刊论文]-[中国药师](#) 2010(12)
4. [肖满民](#); [刘灿辉](#); [叶玉华](#) 天元胶囊的质量标准研究[期刊论文]-[中医药导报](#) 2010(05)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgys201201022.aspx