

693.52, RSD 为 0.46%。

2.7 稳定性试验 取供试品溶液分别在 0, 0.5, 1, 3, 6 h 测定, 结果平均峰面积为 625.35, RSD 为 2.01%。结果表明在测定条件下, 供试品溶液在 6 h 内稳定。

2.8 重现性试验 取同一批样品, 精密称取 5 份, 按供试品溶液制备方法处理并测定, 结果盐酸小檗碱平均含量为 22.53 mg/g, RSD 为 2.71%。

2.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的胃肠舒胶囊样品适量, 精密加入盐酸小檗碱对照品溶液 (0.1032 mg/mL) 2 mL, 按供试品溶液制备方法处理并测定, 计算回收率, 结果见表 1。

2.10 样品测定 精密吸取对照品溶液和供试品溶

表 1 盐酸小檗碱加样回收率测定结果

样品含量/mg	加入样量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
0.2321	0.2064	0.4336	97.63		
0.2591	0.2064	0.4679	101.16		
0.2208	0.2064	0.4265	99.66	98.49	2.03
0.2388	0.2064	0.4412	98.06		
0.2456	0.2064	0.4436	95.80		

液各 5 μ L, 分别注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定 3 批样品盐酸小檗碱含量, 色谱图见图 1, 结果见表 2。

表 2 胃肠舒胶囊中盐酸小檗碱含量测定结果 (n=3)

批号	盐酸小檗碱/mg·g ⁻¹	RSD/%
20020723	22.53 ± 0.245	1.09
20020810	21.89 ± 0.445	2.03
20021215	22.37 ± 0.295	1.32

3 讨论

盐酸小檗碱的甲醇溶液经紫外扫描确定在 345 nm 有最大吸收, 故选择 345 nm 为检测波长。文献报道胃肠舒胶囊中盐酸小檗碱成分的测定采用薄层扫描法^[1], 本研究采用 HPLC 法测定较前者更加快速准确, 重复性好, 可以用于该制剂的质量控制。

参考文献:

- [1] 柯雪红, 陈为, 侯秋红, 等. 薄层扫描法测定胃肠舒胶囊中盐酸小檗碱的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2002, 8(1): 3.

高效液相色谱法测定生发颗粒中大黄素的含量

蒋平, 王文清, 王晨 (华中科技大学同济医学院附属同济医院, 武汉 430030)

摘要: 目的 建立生发颗粒中大黄素含量的测定方法。方法 采用高效液相色谱法, 色谱柱: YMC-Pack ODS-A C₁₈ 柱 (250 × 4.6 mm, 5 μ m), 甲醇-0.25% 磷酸液 (80:20) 为流动相, 检测波长 254 nm。结果 大黄素的线性范围是 0.021 μ g ~ 0.155 μ g, r=0.9999; 平均回收率为 99.03%, RSD=1.40% (n=6)。结论 该法可用于测定生发颗粒中大黄素的含量。

关键词: 生发颗粒; 大黄素; 高效液相色谱法; 含量测定

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 1003-9783(2004)02-0114-03

Determination of Emodin Content in *Shengfa* Granule by HPLC

JIANG Ping, WANG Wenqing, WANG Chen (Department of Pharmacy of Tongji Hospital, Tongji Medical College of Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430030)

Abstract: Objective To establish a method for determination of emodin content in *Shengfa* granule. **Methods** HPLC was used. Mobile phase consisted of methanol-0.25% phosphoric acid (80:20) with UV detection at 254 nm, the analytical column was YMC-Pack ODS-A. **Results** The linear range of emodin was 0.021 μ g ~ 0.155 μ g (r=0.9999) while the average recovery rate was 99.03% (RSD=1.40%, n=6). **Conclusion** The methods is suitable for determination of emodin content in *Shengfa* granule.

Keywords: *Shengfa* Granule; Emodin; HPLC; Determination

收稿日期: 2003-11-19

作者简介: 蒋平 (1971-), 男, 主管药师, 硕士, 主要从事中药化学研究和中药新产品的开发。

生发颗粒是由何首乌(制)、熟地黄、桑椹子、怀牛膝、黑芝麻、菟丝子、茯苓组成的复方制剂,具有补肾气、益精血、乌须发的功能。君药之一何首乌含有大黄素、大黄酚等蒽醌类成分^[1-2],大黄素在该处方中是何首乌的特征成分,本文采用高效液相色谱法测定了方中君药何首乌的特征成分大黄素的含量。

1 仪器和试剂

LC-10A 高效液相色谱仪(日本岛津),SPD-10AV 紫外可见光光度检测器,CA-R6A 色谱数据处理机。流动相中的甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯。大黄素对照品(批号 0756-200007,中国药品生物制品检定所);生发颗粒由本院药学部实验室提供,每袋 4 g,共 6 个批号。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取大黄素对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 10 μg 的溶液,即得。

2.2 供试品溶液的制备 取生发颗粒 1 袋,研细,取内容物 2 g,精密称定,加甲醇 25 mL,加热回流 30

min,滤过,滤液置 50 mL 量瓶中,用甲醇 20 mL 分次洗涤残渣和滤器,洗液滤入同一量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 10 mL,水浴挥干,加水 20 mL,盐酸 2 mL,振摇使溶解,再加氯仿 20 mL,水浴回流 1 h,立即冷却,移至分液漏斗中,分取氯仿层,水层续用氯仿振摇提取 2 次(20、15 mL),合并氯仿液,蒸干,残渣加甲醇溶解,定量转移至 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3 色谱条件 色谱柱:YMC-Pack ODS-A C₁₈ 柱(250×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-0.25% 磷酸液(80:20);流速:1.0 mL·min⁻¹;检测波长:254 nm;柱温:室温。

2.4 系统适应性试验及专属性考察 分别取对照品溶液、供试品溶液及阴性对照品溶液(缺何首乌,制备方法同供试品溶液)各 10 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图。理论板数以大黄素峰计不低于 2000,大黄素峰与其他组分峰基线分离,R>1.5,保留时间为 12 min,阴性对照品在大黄素峰位置处无吸收。见图 1。

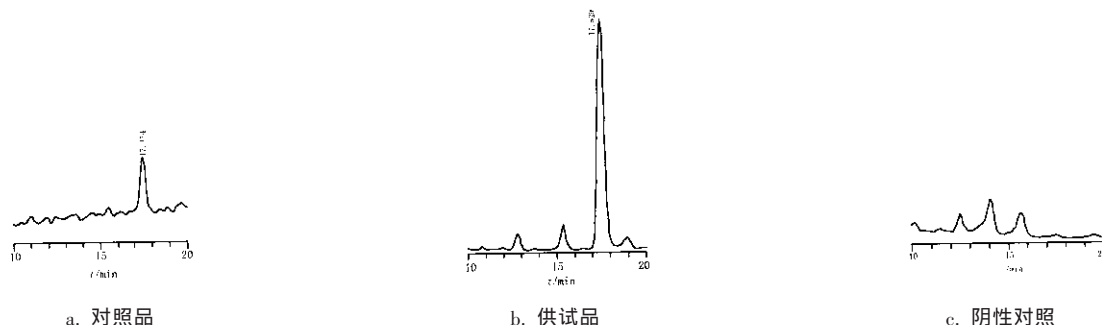


图 1 生发颗粒 HPLC 图谱

2.5 线性关系考察 精密称取大黄素对照品,加甲醇适量溶解并定容至每 1 mL 含 10.352 μg,精密吸取上述溶液 2, 4, 6, 8, 10, 15 μL 进样,以峰面积积分值为纵坐标,大黄素进样量为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程:Y=3.8555×10⁶X+1530, r=0.9999。由方程可知,在 0.021 μg~0.155 μg 之间,进样量和积分面积间呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验 取同一份供试品溶液(批号 010507),重复进样 6 次,测得积分面积值分别是 457560、458453、457184、457514、453744、457462,平均值为 456986±1645, RSD=0.36%。RSD<2%,表明精密度较好。

2.7 重现性试验 取同一批号的样品(批号 010507),按供试品溶液制备方法平行制备 6 份,按上述方法测定,测得大黄素平均含量为 0.3058 mg/g, RSD=1.04% (n=6)。

2.8 稳定性试验 取同一供试品溶液,于室温下放置,每隔 1 h 测定 1 次,共测定 6 次,测得供试品峰面积积分值分别是 457560、458463、457514、457462、455986、454911,平均值为 456981±1305, RSD=0.28%。取同一大黄素对照品溶液(10.352 μg·mL⁻¹),于室温下放置,从配制第二日起,每日对其含量测定 1 次,共 6 次,测得对照品峰面积积分值分别是 399862、398886、396150、397454、395945、392090,平均值为 396731±2737, RSD=0.69%。结果表明,供试品与对照品溶液的稳定性能满足测定要求。

2.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品 6 份,分别精密加入一定量的大黄素甲醇溶液,按供试品溶液制备方法制备并测定大黄素的含量,计算加样回收率,结果见表 1。

2.10 样品测定 取 6 个批号样品,按照上述方法制

表 1 生发颗粒中大黄素加样回收试验结果

样品含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
318.7	129.4	445.6	98.1		
325.0	129.4	453.5	99.3		
296.7	258.8	555.5	100.0	99.03	1.40
282.4	258.8	533.0	96.8		
326.5	388.2	717.3	100.7		
308.3	388.2	693.9	99.3		

备供试品溶液, 进样 10 μL , 依照已确定的色谱条件测定大黄素含量, 结果见表 2。

表 2 样品中大黄素含量测定结果 ($n=3$)

批号	010301	010302	010406	010407	010506	010507
平均含量/ $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$	0.2788	0.3075	0.2497	0.2679	0.2656	0.3028
RSD/%	1.2	1.0	1.4	1.5	1.3	2.0

3 讨论

本文曾考察了 shim pack clc-ODS 柱和 YMC-Pack ODS-A 柱, 选用后者峰形较佳。流动相曾考察了甲醇-0.1% 磷酸液 (85:15) 和甲醇-0.25% 磷酸液 (80:20) 及 (75:25), 其中只有甲醇-0.25% 磷酸液 (80:20) 能排除阴性及杂质峰干扰, 拖尾因子小, 分离度高。

制备供试品溶液过程中水解酸试用过稀盐酸液和稀硫酸液, 但硫酸液使氯仿液蒸干后有棕黑色残渣, 而盐酸无此现象, 确定用稀盐酸作为水解酸。萃取溶剂选用了氯仿、乙醚, 乙醚在酸水的上层, 给多次萃取带来操作上的不便, 再则乙醚萃取的杂质较多, 使用氯仿则克服了上述缺点。

参考文献:

- [1] 高学敏. 中药学[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2002. 544.
- [2] 阴健, 郭力弓. 中药现代研究与临床应用[M]. 北京: 学苑出版社, 1993. 369.

石菖蒲醇提液主要化学成分 GC-MS 分析

林双峰¹, 魏刚¹, 何斌², 方永奇¹ (1. 广州中医药大学第一附属医院实验中心, 广州 510405; 2. 广州奥尔健药业有限公司, 广州 510507)

摘要: 目的 探讨石菖蒲乙醇提取液的主要化学成分。方法 用 GC-MS 对 4 批次石菖蒲 80% 乙醇提取液及其浓缩液直接进样分析。结果 石菖蒲第一、第二次醇提液及浓缩液中均含有挥发油的 6 个特征性成分, 在醇提浓缩液中, 还检出相对含量较大的 4 个水溶性成分, 鉴定了其中 2 个: 2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4H-吡喃-4-酮 (4H-Pyran-4-one, 2,3-dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl) 和 5-羟甲基糠醛 (2-Furancarboxaldehyde, 5-[hydroxymethyl]-)。结论 石菖蒲乙醇提取液中除含有挥发油成分外, 还含有较多的水溶性成分, 其药理作用的物质基础可能与水溶性成分有关, 其非挥发性成分尤其是醇提部分值得进一步研究与开发。

关键词: 石菖蒲; 醇提液; 化学成分; GC-MS

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 1003-9783(2004)02-0116-03

石菖蒲为天南星科植物石菖蒲 (*Acorus tatarinowii* Schott) 的干燥根茎, 具有化湿开胃、开窍豁痰、醒神益智之功效。石菖蒲醇提取物能明显对抗大鼠、小鼠的最大电休克发作和小鼠的戊四氮最小阈发作及小鼠的土的宁惊厥反应, 表明其具有明显的抗惊厥作用^[1]。我们的药理实验研究表明, 石菖蒲醇提液具有协同戊巴比妥钠睡眠、协同土的宁兴奋脊髓、协同苦味毒兴奋中枢神经系统的作用, 推测石菖蒲醇提

取液有兴奋脊髓、中脑和大脑的作用^[2]。

本研究采用 GC-MS 对石菖蒲醇提液的成分进行分析, 探究石菖蒲醇提液起作用的物质基础, 结果石菖蒲醇提液除含有 β -细辛醚、 α -细辛醚等挥发性成分外, 还含有 2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4H-吡喃-4-酮和 5-羟甲基糠醛等相对含量较大的 4 个水溶性成分。现将结果报道如下。

收稿日期: 2003-08-26

作者简介: 林双峰(1971-), 执业药师, 主要从事中药制剂工艺研究。