

对样品进行了分离考察。结果表明,在 225 nm 处,由于靠近末端吸收,干扰严重,以甲醇 - 水和甲醇 - 乙腈 - 水组成的流动相无法使样品中待测组分和干扰成分达到有效分离;在 275 nm 处,待测组分峰和相邻各峰在甲醇 - 水的流动相中分离尚可,但无法达到基线分离。通过对比,确定以 275 nm 为检测波长、乙腈 - 水(5:95)为流动相的分离效果最佳,待测组分保留适中,分离度良好,可达到基线分离。

红景天苷易溶于水和甲醇,而甲醇能沉淀大量的糖分和蛋白质。因此,实验中重点考察了不同比例甲醇水溶液的提取效果,发现以 50 % 甲醇及 80 % 甲醇超声提取,干扰严重,样品中待测组分和干扰成分无法有效分离,最后,确定选用甲醇超声的方法。方法简单,分离良好,提取完全。

文献报道^[3],女贞子中除含有齐墩果酸、熊果酸等脂溶性成分外,还含有红景天苷等水溶性成分,且

含量较高。由于贞芪扶正颗粒的提取制备工艺导致了制剂中齐墩果酸的含量甚微,因此,不宜选取齐墩果酸作为质控成分。为此,结合工艺,我们选取红景天苷作为女贞子的质控指标成分,采用高效液相色谱法测定其含量。经实验验证,方法简便、准确、重复性好,再结合黄芪甲苷的含量测定,能较全面地控制贞芪扶正颗粒的质量。

参考文献:

- [1] 马潇,黄晓萍,宋玉成,等. HPLC 法测定扶康胶囊中红景天苷的含量[J]. 中国药事,2003,17(10):628
- [2] 黄萍,廖建,刘仲义. 红景天胶囊中红景天苷的含量测定[J]. 华西药学期刊,2003,18(2):144
- [3] 石力夫,蔡溱,吴广通,等. 不同产地女贞子中水溶性活性成分及齐墩果酸的反相高效液相色谱分析[J]. 中国中药杂志,1998,23(2):77

收稿日期:2005 - 03

气相色谱法测定神香胶囊中龙脑的含量

张莲珠,吕雪峰,刘丽健,赵全成

(吉林天药科技有限公司,吉林 长春 130012)

摘要:目的 建立神香胶囊中龙脑含量的测定方法。方法 采用气相色谱法,用石英玻璃毛细管柱(30 m ×0.25 mm ×0.25 μm),程序升温 100 °C~150 °C(8 °C min⁻¹),停留 5 min,检测器温度 200 °C,进样量 1 μl,分流进样(分流比 100:1),柱流量为 1 ml · min⁻¹。结果 龙脑的平均回收率为 96.86 %,RSD = 0.56 % (n = 5)。结论 所建方法可用于神香胶囊中龙脑的含量测定,方法简便、准确、重复性较好。

关键词:气相色谱;龙脑;含量测定;神香胶囊

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006 - 0103(2005)06 - 0542 - 03

Determination of Borneol in Shenxiang capsule by GC - FID

ZHANG Lian - zhu¹, LÜ Xue - feng, LIU Li - jian, ZHAO Quan - cheng

(Jilin Natural Medicine and Technology Co. Ltd., Changchun 130012, China)

Abstract: OBJECTIVE To establish a method for the determination of Borneol in Shenxiang capsule. METHODS Capillary gas chromatography was used. The column temperature was risen from 100 °C to 150 °C by program at the rate of 8 °C per minute, and maintained for 5 minutes, the detector temperature was 200 °C. RESULTS The average recovery was 96.86 % with RSD of 0.56 % (n = 5). CONCLUSION The method is accurate and can be applied in the determination of Borneol in Shengxiang capsule.

Key words: GC; Borneol; Determination; Shenxiang capsule

CLC number: R917

Document code: A

Article ID: 1006 - 0103(2005)06 - 0542 - 03

神香胶囊由麝香、冰片、乳香、苏合香等药材制成,具有温通宣痹、行气化浊等功效;用于胸闷、气憋、心绞痛等症的治疗。冰片为方中臣药,是其主要药效成分。我们建立了气相色谱法测定冰片中龙脑的含量,以萘作为内标物,分离效果良好,可用于神香胶囊的质量控制。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

6890 型气相色谱仪, FID 检测器(美国安捷伦公司);赛多利斯万分之一天平。无水乙醇、萘均为分析纯,萘经面积归一化法测定含量大于 98.5 %;龙

作者简介:张莲珠(1971 -),女,吉林长春,主管药师,医学硕士,从事中药活性成分及新药研究工作。

脑对照品(中国药品生物制品检定所,供含量测定用,批号:881-200102);神香胶囊(吉林天药科技有限公司中药化学室,批号:20020308、20020311、20020315)。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 采用石英玻璃毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm),5%二甲苯-95%2-甲基聚硅氧烷;程序升温 100℃~150℃(8℃·min⁻¹),停留 5 min,检测器温度 200℃;进样量 1 μl,分流进样(分流比 100:1),柱流量 1 ml·min⁻¹。

1.2.2 溶液的制备 精密称取内标物萘,加无水乙醇制成 5 mg·ml⁻¹的内标溶液。

精密称取龙脑对照品,加无水乙醇制成 4 mg·ml⁻¹的溶液。精密吸取 3 ml,加入 10 ml 量瓶中,再精密加入 3 ml 内标液,无水乙醇定容,摇匀,作为对照品溶液。

精密称取神香胶囊内容物 2 g,置具塞锥形瓶中,精密加入内标溶液 7.5 ml 及无水乙醇 17.5 ml,密塞,摇匀,称定重量,超声处理(100 W、50 kHz) 10 min,取出,放冷,再称定重量;用无水乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,续滤液作为供试品溶液。

精密称取不含冰片的样品约 2 g,置具塞锥形瓶中,精密加入无水乙醇 20 ml,密塞,摇匀,超声处理(100 W、50 kHz) 10 min,取出,放冷,滤过,续滤液作为阴性对照溶液。

1.2.3 系统适用性试验 取对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液,照“1.2.1”项色谱条件,各进样 1 μl,色谱分离情况见图 1。表明阴性对照溶液无干扰,理论板数按龙脑峰计算应不低于 2 × 10³。龙脑峰与萘峰分离度大于 1.5。

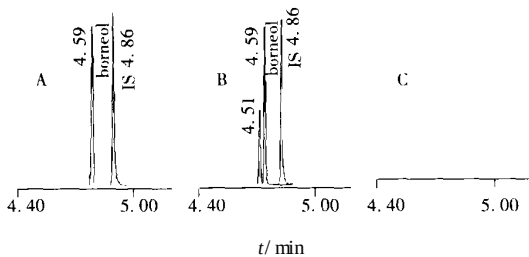


图1 对照品溶液(A)、神香胶囊溶液(B)、阴性对照溶液(C)的气相色谱图

Fig 1 GC chromatograms of borneol solution(A), Shenxiang capsule solution(B) and negative control solution(C)

1.2.4 耐用性试验 不同的人员分别涂布不同固定相的石英毛细管色谱柱,并进行分析,龙脑和萘的保留时间基本一致,样品分离情况良好。

1.2.5 校正因子的测定 吸取对照品溶液 1 μl,注入气相色谱仪,测定,计算校正因子。

1.2.6 线性范围 精密称取对照品龙脑 100 mg,置

25 ml 量瓶中,加无水乙醇定容。吸取此溶液 1、2、3、4、5 ml 置 10 ml 量瓶中,准确加入内标溶液 3 ml,无水乙醇定容,即得系列对照品溶液。分别吸取此系列溶液 1 μl,注入气相色谱仪,测定。以对照品和内标物质浓度的比值为横坐标,以对照品和内标物质的峰面积比值为纵坐标,线性回归,计算得回归方程: $Y = 0.9194X - 5.3314 \times 10^{-4}$ ($r = 0.9996$),表明对照品浓度和内标物浓度比值在 0.2838~1.4190 范围内呈良好的线性关系。

1.2.7 精密度试验 将同一供试品溶液重复进样 5 次,对照品与内标物峰面积比的 RSD = 0.62%。

1.2.8 重复性试验 取同一批神香胶囊内容物,按“1.2.11”项下方法,重复测定 5 次, RSD = 2.2%。

1.2.9 稳定性试验 同一供试品溶液在室温下放置,每隔一定时间测定,连续测定 24 h。结果表明,对照品和内标峰面积比值 RSD = 1.97%,基本稳定。

1.2.10 回收率试验 采用加样回收试验法,取已知龙脑含量的胶囊内容物,分别定量加入龙脑对照品,按“1.2.11”项下方法进行含量测定,结果表明,方法具有良好的回收率(表 1)。

表1 回收率试验结果(mg)

Table 1 The results of recovery test(mg)						
No.	Original	Added	Detected	Recovery/ %	$\bar{X}$ / %	RSD/ %
1	6.14	6.43	12.41	97.51	96.86	0.56
2	6.13	6.43	12.36	96.89		
3	6.12	6.43	12.37	97.20		
4	6.15	6.43	12.36	96.58		
5	6.16	6.43	12.34	96.11		

1.2.11 样品的含量测定 精密吸取供试品溶液 1 μl,注入气相色谱仪测定(表 2)。

表2 神香胶囊中龙脑的含量测定结果(n=3)

Table 2 Contents of borneol in Shenxiang capsule(n = 3)		
Batch No.	Borneol/ mg·granule ⁻¹	RSD/ %
20020308	4.24	1.15
20020311	3.86	1.02
20020315	4.11	0.98

2 讨论

供试品溶液的制备比较了不同溶剂(无水乙醇、石油醚、乙酸乙酯),不同方法(超声、回流、振摇)的提取效果,结果表明,3 种溶剂的提取效果相当。而超声法简便快捷,超声 10 min 相当于回流 1 h 的效果,振摇法提取不完全。综合各种因素,选择无水乙醇超声处理 10 min。

龙脑含量测定可用水杨酸甲酯、薄荷脑^[1~3]等作为内标物。经实验证明,在文中测定方法的实验条件下,萘与龙脑分离较好,符合作为内标物的条件。

文献报道冰片的含量测定多用两个峰面积和计

算冰片含量,文中测定方法能使龙脑峰和异龙脑峰达到基线分离,从而可准确地测定龙脑的含量。

参考文献:

[1] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典[S]. 一部. 北京:

化学工业出版社,2000. 114

[2] 周文泉,曾立威,周嵩煜,等. 两种气相色谱法测定珍珠明目滴眼液中冰片的含量[J]. 华西药
 学杂志,2004 ,19 (2) :137

[3] 刘晓松,韦文荣,余敏. 气相色谱法测定桂林西瓜霜中冰片及薄荷脑的含量[J]. 广西中
 医药,1998 ,21 (4) :40

收稿日期:2004 - 12

复方虎杖降脂胶囊中虎杖的鉴别和虎杖苷的含量测定

林芸竹,龚 涛,张志荣*

(四川大学华西药学院,四川 成都 610041)

摘要: 目的 建立复方虎杖降脂胶囊中虎杖的鉴别和虎杖苷的含量测定方法。方法 采用 TLC 法鉴别虎杖,HPLC 法测定虎杖苷的含量。结果 虎杖苷在 4.9~122.4 μg ml⁻¹与峰面积具有良好的线性关系;高、中、低 3 个浓度的平均回收率分别为 99.2 %、97.3 %、99.07 %,RSD 分别为 0.46 %、0.27 %、1.69 % (n=3)。结论 建立的方法简便可靠,可控制复方虎杖降脂胶囊的质量。

关键词: 复方虎杖降脂胶囊;虎杖;虎杖苷;薄层色谱;高效液相色谱

中图分类号: R917

文献标识码: A

文章编号: 1006 - 0103(2005)06 - 0544 - 02

Identification and determination of Compound Huzhang capsule

LIN Yun - zhu ,GONG Tao ,ZHANG Zhi - rong*

(West China School of Pharmacy ,Sichuan University , Chengdu 610041 , China)

Abstract : OBJECTIVE To establish the identification and determination methods for Compound Huzhang capsule. METHODS Rhizoma polygoni cuspidati was identified by TLC. The content of polydatin was determined by HPLC. RESULTS The linear range of polydatin was 4.9 - 122.4 μg ml⁻¹. The recovery rates of three concentrations were 99.2 % ,97.3 % and 99.07 % with RSD of 0.46 % ,0.27 % ,1.69 % ,respectively (n = 3). CONCLUSION The methods are simple , accurate , credible . It can be used to control the quality for Compound Huzhang capsule .

Key words : Compound Huzhang capsule ; Rhizoma polygoni cuspidati ; Polydatin ; TLC ; HPLC

CLC number :R917

Document code :A

Article ID :1006 - 0103(2005)06 - 0544 - 03

由虎杖 *Rhizoma polygoni cuspidati* 为君药的复方虎杖降脂胶囊是一种具有活血降脂、祛风化痰的中药制剂,用于高脂血症和冠心病、心绞痛的治疗。虎杖中的白藜芦醇苷(虎杖苷)是治疗高脂血症的主要有效成分,具有抑制胆固醇在肝脏的沉积、调节血液中胆固醇的含量以及加强心肌收缩力、改善循环和显著增加冠脉流量等生理活性^[1]。为了控制其质量,实验采用 HPLC 法对方中的虎杖苷进行了测定,并对虎杖进行了薄层鉴别,结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器与材料

Shimadzu LC - 10Avp 高效液相色谱仪包括 LC - 10ATvp 高压泵,CTO - 10Avp 柱温箱,SPD - 10Avp 检测器,SCL - 10Avp 系统工作站(日本岛津)。

作者简介:林芸竹,女,正攻读药剂学专业的硕士学位。

*通讯联系人(correspondent author)

虎杖对照药材(成都千方中药饮片有限公司,批号:041102);虎杖苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号:111575 - 200301);复方虎杖降脂胶囊(华星药业公司);乙腈为色谱纯;其余试剂为分析纯。

1.2 虎杖的薄层色谱鉴别

取复方虎杖降脂胶囊内容物 0.5 g,加甲醇 25 ml,超声处理 30 min,静置,滤过,滤液浓缩至约 2 ml,作为供试品溶液。取虎杖对照药材 5 g,同法制备对照药材溶液。取臣药对照药材 5 g,同法制备阴性对照溶液。另取虎杖苷对照品,加甲醇制成 2 mg ml⁻¹的对照品溶液。精密吸取上述对照品溶液、对照药材溶液和供试品溶液各 5 μl,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ - CM C - Na 板上,以氯仿 - 丙酮 - 甲酸 - 水(4:4:0.5:0.2)为展开剂,展开,取出,晾干。久置可见供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位