

试品溶液的分离效果产生较大影响,而当柱温在30℃时,分离情况较好,故建议柱温控制在30℃。实验中比较了3种品牌的色谱柱:ZORBAX SB-C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm,5 μm),Diamondsil C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm,5 μm),依利特 Hypersil ODS(4.6 mm×250 mm,5 μm)结果供试品在3种色谱柱上均能得到较好的分离。

#### 参考文献:

- [1] 《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第十册[S].1995:53.
- [2] 苗明三,李振国.现代实用中药质量控制技术[M].北京:人民卫生出版社,2000:715.
- [3] 孙国英,张春丽,黄超,等.椰露止咳合剂中鱼腥草和甘草薄层鉴别方法的改进[J].中药材,2009,32(7):1148-1150.
- [4] 莫结丽,隆颖.救心丸中人参薄层色谱鉴别研究[J].中国医药导报,2009,6(4):38-39.

- [5] 谢岚.何首乌及二苯乙烯苷的研究进展[J].天津药学,2010,22(3):70-73.
- [6] 高晓霞,严寒静,梁从庆.不同采集地制何首乌薄层色谱指纹图谱研究[J].中国实验方剂学杂志,2007,13(5):4-6.
- [7] 李媛,宋媛媛,张洪泉.肉苁蓉的化学成分及药理作用研究进展[J].中国野生植物资源,2010,29(1):7-11.
- [8] 王哲民,王蔼英.HPLC测定苁蓉通便口服液中心果菊苷的含量[J].中成药,2006,28(7):1072-1073.
- [9] 刘雄,吴蓉,余晓晖,等.HPLC法测定不同产地肉苁蓉中心果菊苷的含量[J].甘肃中医学院学报,2009,26(5):42-44.
- [10] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:2010年版一部[S].北京:中国医药科技出版社,2010:126.
- [11] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:2010年版一部[S].北京:中国医药科技出版社,2010:附录130.

## RP-HPLC法测定银屑颗粒中落新妇苷

李启艳<sup>1</sup>, 朱日然<sup>2</sup>, 徐丽华<sup>1</sup>

(1.山东省药品检验所,山东 济南 250010; 2.山东中医药大学附属医院,山东 济南 250012)

**摘要:**目的 建立银屑颗粒中落新妇苷的定量测定方法。方法 采用反相高效液相色谱法,色谱柱 Kromasil C<sub>18</sub>色谱柱;流动相 甲醇-0.1%磷酸(25:75);检测波长 291 nm。结果 落新妇苷在0.189 4~1.894 0 μg范围内峰面积与进样量呈良好的线性关系,相关系数 $r$ 为1.000 0;平均回收率为98.71%。结论 该法简便可行,结果准确可靠,适用于该药的质量分析检验。

**关键词:**银屑颗粒;落新妇苷;RP-HPLC

中图分类号:R927.2

文献标志码:B

文章编号:1001-4528(2011)06-1089-03

银屑颗粒由土茯苓、菝葜两味药组成,具有祛风解毒的功效,临床用于治疗银屑病。研究表明,土茯苓和菝葜均含有落新妇苷,为了确保药品的安全有效,我们采用高效液相色谱法对落新妇苷进行定量测定<sup>[1-4]</sup>。

### 1 仪器与试剂

岛津 UV-2550 紫外分光光度计, Mettler AE240 电子天平, Agilent1200 高效液相色谱仪。落新妇苷对照品,烟台大学提供,供定量测定用。银屑颗粒,山东鲁泰环中制药有限公司生产(批号:100401、100402、100403);甲醇、乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

### 2 方法

**2.1 色谱条件**<sup>[5-6]</sup> 色谱柱 Kromasil C<sub>18</sub>色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相 甲醇-0.1%磷酸(25:75),体积流量 1 mL/min;柱温 35℃;检测波长 291 nm。理论板数按落新妇苷峰计算应不低于3 000。采用此色谱条件,供试品

及对照品色谱分离度良好,见图1、2。

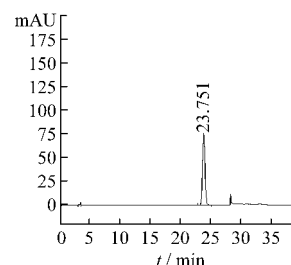


图1 落新妇苷对照品 HPLC 色谱图

### 2.2 方法与结果

**2.2.1 线性关系的考察** 精密称取落新妇苷对照品 9.47 mg,加 60% 甲醇溶解并稀释至 100 mL,摇匀,作为对照品溶液(落新妇苷质量浓度为 0.094 7 mg/mL)。

收稿日期:2011-01-06

作者简介:李启艳(1978—),女,主管药师,硕士,从事中药及中成药质量分析。Tel:(0531)81216522,E-mail:liqiyen.com@163.com

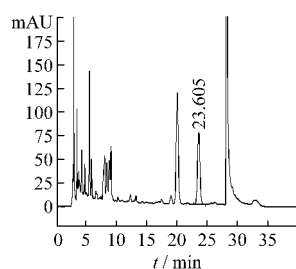


图2 供试品 HPLC 色谱图

分别精密吸取上述对照品溶液各 2、4、8、12、16、20  $\mu\text{L}$ ，注入液相色谱仪，分别测定峰面积积分值。以落新妇苷对照品的进样量为横坐标，峰面积积分值为纵坐标，进行线性回归，得回归方程  $Y = 2\,276.444\,0X + 21.119\,5$ ，相关系数  $r = 1.000\,0$ 。表明落新妇苷进样量在 0.189 4 ~ 1.894 0  $\mu\text{g}$  之间与峰面积积分值呈良好的线性关系。

**2.2.2 精密度实验** 精密吸取上述对照液 10  $\mu\text{L}$ ，注入液相色谱仪，连续进样 6 次，按上述测定方法进行测定，结果落新妇苷峰面积积分值的 RSD 为 0.43%，表明仪器精密度良好。

**2.2.3 稳定性试验** 取装量差异项下的本品内容物（山东鲁泰环中制药有限公司生产，批号：100401），研细，取约 1.0 g，精密称定，置圆底烧瓶中，精密加入 60% 甲醇 25 mL，称定质量，加热回流 1 h，放冷，再称定质量，用 60% 甲醇补足减失的质量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

精密吸取上述供试品溶液 10  $\mu\text{L}$ ，每隔 2 h 进样一次，测定落新妇苷的峰面积积分值，共考察 8 h，以观察样品溶液在检测过程中待测成分的稳定性，结果 RSD 为 0.08%，表明供试品溶液在 8 h 内稳定性良好，能够满足测定需要。

**2.2.4 重复性试验** 取装量差异项下的本品内容物（山东鲁泰环中制药有限公司生产，批号：100401），研细，取约 1.0 g，共取 5 份，按样品测定项下的供试品溶液的制备方法，分别制得供试品溶液。按上述测定方法进行测定，计算落新妇苷的量，结果平均含落新妇苷为 14.2 mg/袋，RSD 为 1.11%，表明本品测定方法的重复性良好。

**2.2.5 回收率试验** 对照品贮备液的制备 精密称取落新妇苷对照品 13.45 mg，置 100 mL 量瓶中，加 60% 甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，即得（落新妇苷质量浓度为 0.134 5 mg/mL）。

取已测定的装量差异项下本品内容物（山东鲁泰环中制药有限公司生产，批号：100401，平均装量：5.958 6 g，含落新妇苷为 14.2 mg/袋），研细，取约 0.5 g，精密称定，共取 5 份，置圆底烧瓶中，精密加入落新妇苷对照品贮备液（落新妇苷对照品质量浓度为 0.134 5 mg/mL）10 mL，再精密加入 60% 甲醇 15 mL，按样品测定项下的供试品溶液的制备方法，制得供试品溶液。照上述测定方法进行测定，计算回收率，结果见表 1。结果表明，本方法的回收率良好。

### 3 样品的测定

取装量差异项下的本品内容物，研细，取约 1.0 g，精密

称定，置圆底烧瓶中，精密加入 60% 甲醇 25 mL，称定质量，加热回流 1 h，放冷，再称定质量，用 60% 甲醇补足减失的质量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。进样 10  $\mu\text{L}$ 。3 批样品测定结果见表 2。

表1 落新妇苷加样回收率试验结果

| 取样量     | 原有量   | 对照品加  | 测得量   | 回收率   | 平均回   | RSD  |
|---------|-------|-------|-------|-------|-------|------|
| /g      | /g    | 入量/mg | /mg   | %     | 收率/%  | %    |
| 0.534 7 | 1.274 | 1.345 | 2.618 | 99.93 |       |      |
| 0.513 3 | 1.223 | 1.345 | 2.525 | 96.80 |       |      |
| 0.509 1 | 1.213 | 1.345 | 2.538 | 98.51 | 98.71 | 1.20 |
| 0.512 5 | 1.221 | 1.345 | 2.557 | 99.33 |       |      |
| 0.537 4 | 1.281 | 1.345 | 2.612 | 98.96 |       |      |

表2 样品测定结果

| 生产厂家         | 批号     | 规格  | 落新妇苷<br>/(mg/袋) |
|--------------|--------|-----|-----------------|
| 山东鲁泰环中制药有限公司 | 100401 |     | 14.1            |
| 山东鲁泰环中制药有限公司 | 100402 | 无糖型 | 14.4            |
| 山东鲁泰环中制药有限公司 | 100403 |     | 14.8            |

根据上述测定结果，暂定本品每袋含土茯苓、菝葜以落新妇苷 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ ) 计，不得少于 11.4 mg。

### 4 讨论<sup>[7-10]</sup>

**4.1** 取落新妇苷对照品溶液，在 200 ~ 400 nm 之间进行扫描，结果落新妇苷在 201 nm、291 nm 处有吸收峰，其中 291 nm 处吸收最大，故选用 291 nm 作为检测波长。

**4.2** 考察了超声提取和回流提取两种方法，并考查了提取时间对含量的影响，结果加热回流提取效果优于超声提取。且回流提取 1 h 和 1.5 h 含量结果一致，表明回流提取 1 h 落新妇苷已基本提取完全，因此确定提取方法为：样品加热回流提取 1 h。

**4.3** 考察了 60% 甲醇、50% 乙醇、甲醇 3 种溶剂，结果甲醇回流提取量最低，为 7.2 mg/袋；60% 甲醇与 50% 乙醇提取量接近，分别为 14.1 mg/袋和 13.8 mg/袋。但 50% 乙醇与流动相组成相差较大，色谱峰峰形较差，故确定 60% 甲醇为提取溶剂。

**4.4** 原计划对样品中薯蓣皂苷元进行定量测定，但是通过试验和查阅相关资料发现，根据 2005 年版《中国药典》收载的方法对菝葜药材中薯蓣皂苷元进行定量测定，很难检出薯蓣皂苷元，即使检出也很难达到现行《中国药典》规定的要求（不低于 0.04%），而所检药材均为正品。因此未建立薯蓣皂苷元的定量测定方法。

### 参考文献：

- [1] 陈 幸,李 彬,黎万寿,等. HPLC 法测定土茯苓中落新妇苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2004, 20(4): 40-43.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2005 年版一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 203.
- [3] 张白嘉,刘亚欧,刘 榴,等. 土茯苓及落新妇苷抗炎镇痛利尿作用研究[J]. 中药药理与临床, 2004, 20(1): 11-13.
- [4] 张广财,张 朔,李可强,等. 高效液相色谱波长切换法同时

[医院药房]

## 达立通颗粒治疗肝郁气滞型胃痛 30 例临床疗效观察

韩捷

(河南中医学院第一附属医院消化一区,河南 郑州 450000)

**摘要:**目的 分析达立通颗粒治疗肝郁气滞型胃痛的疗效。方法 应用达立通颗粒治疗气滞血瘀型胃痛 30 例,同时设西药对照组莫沙比利组 25 例及中药对照组气滞胃痛颗粒组 20 例与之对比。结果 经统计学处理,达立通颗粒组症状及胃镜总有效率均明显优于莫沙比利组及气滞胃痛颗粒组( $P < 0.05$ )。结论 达立通颗粒在治疗肝郁气滞型胃痛方面具有良好疗效。

**关键词:**达立通颗粒;肝郁气滞;胃痛

中图分类号:R287

文献标志码:B

文章编号:1001-4528(2011)06-1091-02

胃痛是消化系统的常见临床症状之一,多见于各种慢性胃炎和消化性溃疡等疾病。细究起来,肝郁气滞、横逆犯胃为胃痛之主因。达立通颗粒以柴胡、木香、陈皮、半夏等十二味中药组成,对肝郁气滞所导致的胃痛、胃胀、泛酸、嗝气等有较好疗效。笔者在临床运用达立通颗粒治疗肝郁气滞型胃痛 30 例,均取得满意疗效。现报告如下。

### 1 临床资料

2007 年 1 月—2010 年 2 月确诊的病人,共 75 例。将门诊及病房确诊为肝郁气滞型胃痛患者,随机分为达立通颗粒组(简称达立通组,治疗组),枸橼酸莫沙比利组(简称莫沙比利组,对照组),气滞胃痛颗粒组(简称气滞组,对照组)。其中达立通组 30 例,男 18 例,女 12 例;年龄最大者 58 岁,最小者 29 岁;浅表性胃炎者 13 例;胆汁返流性胃炎者 10 例;十二指肠球部溃疡 7 例。莫沙比利组 25 例,男 15 例,女 10 例;年龄最大者 56 岁,年龄最小者 25 岁;浅表性胃炎者 12 例;胆汁返流性胃炎者 7 例;十二指肠球部溃疡 6 例。气滞组 20 例,男 12 例,女 8 例;年龄最大者 59 岁,最小者 27 岁;浅表性胃炎者 12 例;胆汁返流性胃炎者 8 例;十二指肠球部溃疡 2 例。三组患者在性别、年龄、病程、病情方面无显著性差异( $P > 0.05$ ),具有可比性。

### 2 治疗方法

#### 2.1 达立通组 达立通颗粒(南昌弘益药业有限公司,国药

准字 z20050001)1 袋/次,3 次/d,口服。

2.2 莫沙比利组 枸橼酸莫沙比利片(鲁南贝特制药有限公司,国药准字 H19990317)5 mg/次,3 次/d,口服。

2.3 气滞组 气滞胃痛颗粒(辽宁本溪三药有限公司,国药准字 Z21021522)1 袋/次,3 次/d,口服。

以上各组均以 3 周为一疗程。观察两个疗程判断疗效。

### 3 疗效标准<sup>[1]</sup>

3.1 显效 症状完全消失。无胃部疼痛及胀闷症状,无泛酸、嗝气、呕吐等症状。饮食正常。胃镜检查食道及胃黏膜充血、水肿、糜烂、溃疡消失。

3.2 有效 症状明显缓解,偶有胃部疼痛及胀闷症状,基本无泛酸、嗝气、呕吐等症状。饮食增加。胃镜检查食道及胃黏膜充血、水肿、糜烂、溃疡消失。

3.3 无效 症状无明显改善。胃镜检查无明显改变。

### 4 统计学处理

研究结果采用 SPSS13.0 统计分析软件进行组间  $t$  检验,  $P < 0.05$ ,为有显著性差异。

### 5 结果

治疗 2 个疗程后,治疗组和对照组症状疗效总有效率分别为 93.3%、84%、80%;胃镜检查判断疗效分别为 86.6%、60%、65%,见表 1、表 2。

收稿日期:2010-06-07

作者简介:韩捷(1974—),男,副教授,医学博士,研究方向:中医药治疗溃疡性结肠炎。Tel:13653868892, E-mail:han\_jie1974@163.com

测定肿节风中多指标成分的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2008, 28(23):110-112.

[5] 周艳林,钟小清,吕高荣,等. RP-HPLC 同时测定蒺藜中落新妇苷和黄杞苷的含量[J]. 中国药学杂志, 2008, 43(14):123-126.

[6] 曾祥腾,何燕,徐孟文,等. 大孔吸附树脂富集纯化土茯苓总黄酮的研究[J]. 今日药学, 2008, 18(3):55-57.

[7] 李彬,陈幸,黎万寿. 土茯苓及其混淆品种的色谱法鉴别

[J]. 中药材, 2004, 27(2):128-131.

[8] 周军,曲佳,寿国香,等. HPLC 法测定土茯苓中落新妇苷及黄杞苷[J]. 中国药品标准, 2009, 10(5):85-88.

[9] 姚毅,周翔,陈婷. 高效液相色谱法测定罗汉茶中落新妇苷的含量[J]. 中国现代应用药学杂志, 2006, 23(9):920-921.

[10] 袁立志,冀德强,陈英杰,等. 土茯苓酚苷类成分研究[J]. 中草药, 2004, 35(9):967-968.