

**2.2.10 样品测定** 分别称取哮喘胶囊粉末约 0.3 g, 精密称定, 制备供试品溶液, 精密吸取 10  $\mu$ L 进样, 测定峰面积, 以外标法计算, 结果见表 2。

表2 样品测定结果  
Tab.2 Content of samples

样品	淫羊藿苷含量 (mg/粒)
100203	0.695
100204	0.585
100903	0.464
100904	0.502

### 3 讨论

**3.1** 曾用加氯仿和浓氨水回流提取麻黄碱, 浓缩液或残渣加甲醇溶解作为供试品溶液, 结果供试品色谱

色带严重, 干扰检测。用本文中的方法无色带, 斑点清晰, 重现性好, 专属性强。

**3.2** 对含量检测方法中样品的提取溶剂和提取时间, 进行了考察, 选择 70% 乙醇溶液和超声处理 60 min 样品提取方法。

**3.3** 将淫羊藿苷对照品溶液在紫外分光光度计进行扫描, 在 270 nm 有最大吸收, 确定检测波长为 270 nm。曾以乙腈-水 (28:72)、(27:73)、(30:70)、(32:68) 分别做流动相, 乙腈-水 (30:70) 理论塔板数最高, 分离效果好, 保留时间最合适, 被采纳。以上定性定量方法简便可靠, 可用于哮喘胶囊的质量控制。

## 地榆炭配方颗粒的质量控制研究

陈哲妮, 黄婉锋

(佛山市药品检验所, 广东 佛山 528000)

**摘要:** 目的 对地榆炭配方颗粒进行薄层色谱鉴别及 HPLC 含量测定研究, 以客观评价地榆炭配方颗粒的质量。方法 薄层色谱鉴别以没食子酸对照品为对照, 以甲苯 (用水饱和) - 乙酸乙酯 - 甲酸 (6:3:1) 为展开剂, 喷以 1% 三氯化铁乙醇溶液, 日光下检视; 含量测定采用 Ultimate XB-C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6×200 mm, 5  $\mu$ m), 流动性为甲醇-0.05% 磷酸溶液 (5:95), 流速: 1.0 mL/min, 检测波长: 272 nm。结果 地榆炭配方颗粒在对照品相同位置上显相同颜色的斑点; 含量测定中没食子酸在 5.115~102.3  $\mu$ g 呈良好的线性关系, 样品中没食子酸峰分离度良好。结论 首次建立了地榆炭配方颗粒中没食子酸的薄层色谱鉴别方法, 并进行了没食子酸的含量测定, 提供了控制地榆炭配方颗粒质量的科学依据。

**关键词:** 地榆炭配方颗粒; 没食子酸; 薄层色谱; HPLC

中图分类号: R927.1

文献标识码: A

文章编号: 1673-6427(2012)02-0066-03

## Study on the Quality Control of Burnet Carbon Formula Particles

CHEN Zhe-ni, HUANG Wan-feng

(Foshan Institute for Drug Control, Foshan 528000, China)

**Abstract: Objective** To evaluate the quality of Burnet carbon formula particles by TLC and HPLC. **Methods** Gallic acid was identified by TLC with toluene (saturated with water) - ethyl acetate - formic acid (6:3:1) as solvent, 1% solution of ferric chloride in ethanol as reagent; An HPLC method was performed on Ultimate XB-C<sub>18</sub> column (4.6 × 200 mm, 5  $\mu$ m) with methanol-0.05% phosphoric acid (5:95) as mobile phase. The flow rate was 1.0 mL/min, detection wavelength was set at 272 nm. **Results** The Burnet carbon formula particles had the same color spot with the reference substance at the same position; The calibration curve of gallic acid was linear in the range of 5.115~102.3  $\mu$ g, and the peak showed a good separation. **Conclusion** We established a TLC distinguish method and an HPLC content determination method of gallic acid in the Burnet carbon formula particles for the first time, and provided the scientific basis for the quality control of Burnet carbon formula particles.

**Keywords:** Burnet Carbon Formula particles; gallic acid; TLC; HPLC

收稿日期: 2011-05-06

地榆炭为净地榆饮片(地榆为蔷薇科植物地榆 *Sanguisorba officinalis* L. 或长叶地榆 *Sanguisorba officinalis* L.var.*longifolia*(Bert.)Yü et Li 的干燥根)照炒炭法炒至表面焦黑色、内部棕褐色,收载于2010年版《中国药典》一部,具有凉血止血,解毒敛疮的功能<sup>[1]</sup>。地榆炭配方颗粒是用符合炮制规范的地榆炭中药饮片作为原料,经现代制药技术提取、浓缩、分离、干燥、制粒、包装精制而成的纯中药产品系列。其有效成分、性味、归经、主治、功效与传统地榆炭中药饮片一致,保持了地榆炭中药饮片的主要特征,既能保证中医传统的君、臣、佐、使和辩证施治、灵活加减的特点,又免去了病人传统煎煮的麻烦,同时还可灵活地单味颗粒冲服,卫生有效。现代中药研究表明,地榆炭配方颗粒所含没食子酸具有抗菌、抗病毒、抗肿瘤等药理作用,与地榆炭配方颗粒的功能主治相一致。但是2010年版《中国药典》仅收载了地榆和地榆炭的标准,对于地榆炭配方颗粒的上述有效成分尚没有指标控制。有鉴于此,本文对地榆炭配方颗粒所含没食子酸进行了薄层色谱鉴别以及对没食子酸进行了HPLC含量测定研究,以期地为地榆炭配方颗粒的采购、生产、临床应用提供客观和科学的质量控制依据。

## 1 仪器与材料

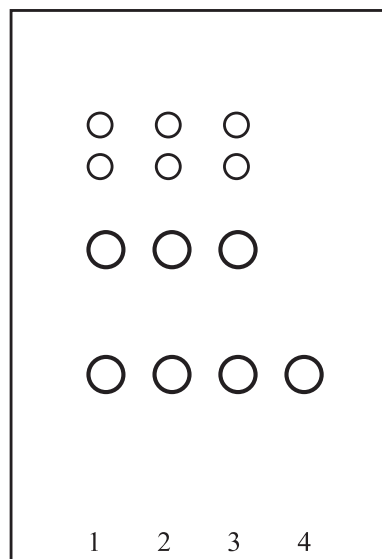
**1.1 仪器** METTLER TOLEDO AB265-S 电子天枰(瑞士); Agilent 1100 高效液相色谱仪, DAD 检测器。

**1.2 材料** 没食子酸对照品购自中国药品生物制品检定所,批号为:110831-200302;测试颗粒由三九医药股份有限公司提供,批号为:1006091S、1006131S、1006171S(每袋装1g;相当于原药材10g);甲醇、磷酸为色谱纯,水为超纯水,其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 薄层色谱鉴别** 取地榆炭配方颗粒粉末1g,加10%盐酸的50%甲醇溶液,加热回流2h,放冷,滤过,滤液用盐酸饱和的乙醚振摇提取2次,每次25mL,合并乙醚液,挥干,残渣加甲醇1mL使溶解,作为供试品溶液。再取没食子酸对照品,加甲醇制成每1mL含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。吸取上述两种溶液各5 $\mu$ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯(用水饱和)-乙酸乙酯-甲酸(6:3:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,在与没食子酸对照品色谱相应的

位置上,显相同颜色的斑点。见图1。



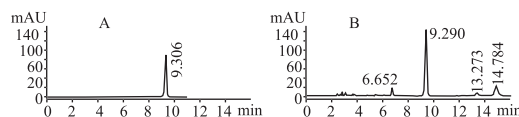
1. 供试品(1006091S) 2. 供试品(1006131S) 3. 供试品(1006171S) 4. 没食子酸对照品

图1 地榆炭配方颗粒薄层鉴别色谱图

Fig.1 TLC graph of Burnet carbon formula particles

## 2.2 含量测定<sup>[1]</sup>

**2.2.1 色谱条件与系统适应性** 色谱柱: Ultimate XB-C<sub>18</sub> (4.6 $\times$ 200 mm, 5 $\mu$ m), 流动相: 甲醇-0.05%磷酸溶液(5:95), 柱温: 30 $^{\circ}$ C, 检测波长: 272 nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于2000。对照品与样品色谱图见图2。



1. 没食子酸对照品 2. 地榆炭配方颗粒(批号:1006131S)

图2 地榆炭配方颗粒HPLC色谱图

Fig.2 HPLC chromatograms of Burnet carbon formulations particles

**2.2.2 对照品溶液的制备** 精密称取没食子酸对照品10.23 mg,置100 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度;精密量取上述溶液3 mL,置10 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 取地榆炭配方颗粒,研细,取约0.1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加入10%盐酸溶液10 mL,加热回流3 h,放冷,滤过,滤液置100 mL量瓶中,用水适量分数次洗涤容器和残渣,洗液滤入同一量瓶中,加水至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

**2.2.4 线性关系的考察** 精密量取对照品贮备液10

mL, 置 200 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度 (5.115  $\mu\text{g/mL}$ ); 精密吸取上述溶液 1、2、4、6、10、20  $\mu\text{L}$ , 注入高效液相色谱仪, 测定峰面积。以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 进行线性回归, 得标准曲线:  $Y=30\ 919.145\ 44X$ ;  $r=1.000\ 00$ 。结果表明没食子酸在 0.005 115~0.102 3  $\mu\text{g}$  呈良好的线性关系。

**2.2.5 稳定性试验** 精密吸取同一供试品溶液, 分别在制备后的 0、2、4、6、8、12 及 24 h, 注入高效液相色谱仪, 测定各时间点没食子酸的峰面积, 计算 7 个时间点的 *RSD* 为 0.23%, 结果表明没食子酸在上述色谱条件及溶液中稳定性良好。

**2.2.6 精密度试验** 取同一供试品, 研细, 精密称取 6 份, 按拟定含量测定方法测定供试品中没食子酸的含量, 计算 6 份的 *RSD* 为 1.99%, 表明仪器精密度良好。

**2.2.7 重复性试验** 取同一供试品, 研细, 精密称取约 0.1 g, 按拟定含量测定方法测定供试品中没食子酸的含量, 计算 6 次进样的 *RSD* 为 0.19%, 表明本方法重复性良好。

**2.2.8 加样回收率试验** 精密称取同一批号样品 (批号: 1006131S 含没食子酸 43.159 9 mg/g) 6 份, 每份 0.1g, 各加入没食子酸对照品 4.3 mg, 按拟定含量测定方法, 测定供试品中没食子酸的含量, 结果平均回收率为 97.55%, *RSD* 为 0.27%。

**2.2.9 样品测定** 取不同批号的地榆炭配方颗粒, 照“2.2.3”项下制备供试品溶液, 分别吸取对照品和供试品溶液各 10  $\mu\text{L}$ , 注入液相色谱仪, 测定含量。结果见表 1。

表1 地榆炭配方颗粒中没食子酸的含量测定结果

批号	没食子酸含量(mg/g)
1006091S	48.0
1006131S	46.4
1006171S	31.6

### 3 讨论

**3.1 薄层色谱鉴别中**, 供试品与没食子酸对照品色谱可见相同的一个明显深紫蓝色斑点, 因此, 采用没食子酸作为对照品可体现地榆炭配方颗粒有效成分的特征。由于中检所未能提供地榆炭对照药材, 有关作为薄层鉴别对照用有待以后进一步研究。

**3.2 没食子酸是地榆炭配方颗粒的主要有效成分**, 含量较高 (大于 30 mg/g)。本实验建立了地榆炭配方颗粒中没食子酸含量的 HPLC 测定方法, 结果表明该方法检测灵敏度高、操作简便、结果准确, 因此选择其作为地榆炭配方颗粒的质量控制方法较为合适。

### 参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中国药典 (一部) [S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 117-118.

## HPLC 法测定元胡止痛栓中延胡索乙素的含量

钟卫卫, 黄树青

(合肥天元医药研究所, 安徽 合肥 230031)

**摘要:** 目的 研究元胡止痛栓中延胡索乙素的含量测定方法。方法 采用高效液相色谱法, 流动相为甲醇-水-10%醋酸 (65:35:2) 以 10% 氨水调节 pH 值至 6.0, 280 nm 为测定波长, 用外标法计算含量。结果 延胡索乙素质量浓度在 0.044 8~1.120  $\mu\text{g}$  范围内与峰面积线性关系良好。结论 元胡止痛栓中延胡索乙素的含量测定方法快速、结果准确。

**关键词:** 元胡止痛栓; 延胡索乙素; 高效液相色谱法; 含量测定

中图分类号: R927.2

文献标识码: A

文章编号: 1673-6427(2012)02-0068-03

### Determination of Tetrahydropalmatine in Yuanhuzhitong Suppository by HPLC

ZHONG Wei-wei, HUANG Shu-qing

(Hefei Tianyuan Institute of Pharmaceutical, Hefei 230031, China)

**Abstract: Objective** To establish a content determination method of tetrahydropalmatine in yuanhuzhitong suppository. **Methods** The HPLC method was adopted with the mobile phase of 10% acetic acid-water-methanol

收稿日期: 2011-06-13

作者简介: 钟卫卫 (1958-), 女, 主管药师, 主要从事新药开发与临床代理。Tel: 0551-5390488 E-mail: hfyt213@126.com