

表 6 花果类药材重金属含量评价结果

花果类药材	Pb		Cu		Cd		As		Hg	
	均值	超标率	均值	超标率	均值	超标率	均值	超标率	均值	超标率
	C/mg·kg <sup>-1</sup>	(%)	C/mg·kg <sup>-1</sup>	(%)	C/mg·kg <sup>-1</sup>	(%)	C/mg·kg <sup>-1</sup>	(%)	C/mg·kg <sup>-1</sup>	(%)
吴茱萸	0.705	-	25.1	100%	0.182	-	0.951	-	0.010	-
决明子	0.449	-	20.8	50%	0.093	-	1.41	-	0.002	-

参考文献:

[1] 叶文虎. 环境质量评价[M]. 北京:高等教育出版社, 1994.

[2] 中华人民共和国对外贸易经济合作部. 药用植物及制剂进出口绿色行业标准[S].

# 高效液相色谱法测定 参杞益脑胶囊中 - 细辛醚的含量

严全鸿, 饶春意

(广东省药品检验所, 广东 广州 510180)

**摘要:**目的 建立了参杞益脑胶囊中 - 细辛醚的高效液相色谱含量测定方法。方法 色谱柱为 Thermo BDS Hypersil C<sub>18</sub> (250 mm ×4.6 mm, 5 μm); 流动相为甲醇 - 0.1%冰醋酸溶液 (60:40); 柱温 35 °C; 流速 1.0 ml·min<sup>-1</sup>; 检测波长为 257 nm。结果 - 细辛醚浓度在 4.885 ~ 146.55 μg/ml 之间峰面积与浓度具有良好的线性关系。其高、中、低 3 种浓度的平均回收率分别为 103.2%, 102.1% 和 100.2%; RSD 分别为 0.4%, 0.3% 和 0.7%。结论 方法简便灵敏, 结果准确可靠, 专属性强, 可用于参杞益脑胶囊中石菖蒲的质量控制。

**关键词:**参杞益脑胶囊; - 细辛醚; 石菖蒲; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 1008-0805 (2008) 09-2222-02

## Determination of -asarone in Shenqiyinao Capsules by HPLC

YAN Quan-hong, RAO Chun-yi

(Guangdong Institute of Drug Control, Guangzhou, Guangdong, 510180, China)

**Abstract:** Objective To establish a high performance liquid chromatographic method for the determination of -asarone in Shenqiyinao Capsules. **Methods** The column was Thermo BDS Hypersil C<sub>18</sub> (250 mm ×4.6 mm, 5 μm). The mobile phase was methanol - 0.1% glacial acetic acid solution (60:40) and the temperature of column was 35 °C. The flow rate was 1.0 ml·min<sup>-1</sup> and the detection wavelength was 257 nm with external method. **Results** The linear range of -asarone was 4.885 ~ 146.55 μg·ml<sup>-1</sup>. The average recoveries of -asarone were 103.2%, 102.1% and 100.2% with corresponding RSD of 0.4%, 0.3% and 0.7%, respectively. **Conclusion** The method is simple, sensitive, accurate and can be used for the determination of Rhizoma Acori Tatarinowii (RAT) in Shenqiyinao Capsules.

**Key words:** Shenqiyinao Capsules; -asarone; Rhizoma Acori Tatarinowii (RAT); HPLC

参杞益脑胶囊具有补益肝肾, 益气养血, 健脑益智等功能, 适用于肝肾不足, 脑神失养所致的健忘, 失眠, 多梦, 记忆力减退等症。其处方来源于国家药品监督管理局标准, 由枸杞子、黄精、白首乌、石菖蒲、猪脑粉、荷梗、肉苁蓉、郁金、远志(蜜)、骨碎补、紫苏子(炒)、人参、鹿茸等 13 味中药组成。现行质量标准中未收载含量测定项目, 目前仅有报道测定参杞益脑胶囊中毛蕊花糖苷的含量作为肉苁蓉的质量控制<sup>[1]</sup>。石菖蒲具有化湿开胃, 开窍豁痰, 醒神益智的功能<sup>[2]</sup>, 为其主药之一。而 - 细辛醚为石菖蒲的主要活性成分之一<sup>[3]</sup>, 其在市售的石菖蒲挥发油中的含量占 83.75%<sup>[4]</sup>。本实验采用高效液相色谱法测定参杞益脑胶囊中 - 细辛醚的含量, 为参杞益脑胶囊中石菖蒲的含量提供了质量控制方法。

### 1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪, 配置 G1311A 四元泵; G1313A 自动进样器; G1316A 柱温箱; G1315B 二极管阵列 (DAD) 检测器; Agilent 化学工作站; Elmasonic S 300H 型超声波清洗器 (功率

1 500 W)。

甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 其它试剂均为分析纯。- 细辛醚对照品 (广州中医药大学第一附属医院实验中心, 按面积归一化法测定, 含量为 98.94%)。参杞益脑胶囊 (批号: 20060701, 20060702, 20060703, 20060704, 20060705, 20060801, 20060802, 20060803, 20060804, 20060805 深圳万基药业有限公司生产并提供); 不含石菖蒲的阴性样品 (深圳万基药业有限公司生产并提供)。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Thermo BDS Hypersil C<sub>18</sub> (250 mm ×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇 - 0.1%冰醋酸溶液 (60:40); 柱温: 35 °C; 流速 1.0 ml·min<sup>-1</sup>; 检测波长为 257 nm, 进样体积 20 μl。在上述色谱条件下 - 细辛醚与其它组分能达到基线分离, 色谱峰的理论板数为 3139, 并且石菖蒲阴性样品无干扰, 色谱图见图 1~3。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取 - 细辛醚对照品适量, 加甲醇制成每毫升含 - 细辛醚 35 μg 的溶液, 摇匀, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 20 粒, 求得平均装量, 将内容物混合均匀, 取本品内容物约 0.5 g, 精密称定, 置 50 ml 量瓶中, 加甲醇约 30 ml, 超声处理 30 min, 放冷, 用甲醇稀释至刻度, 摇

收稿日期: 2007-08-24; 修订日期: 2007-12-25

作者简介: 严全鸿 (1978-), 男 (汉族), 福建龙海人, 现任广东省药品检验所主管药师, 硕士学位, 主要从事药品检验和药品质量标准研究工作。

匀,滤过,取续滤液,即得。

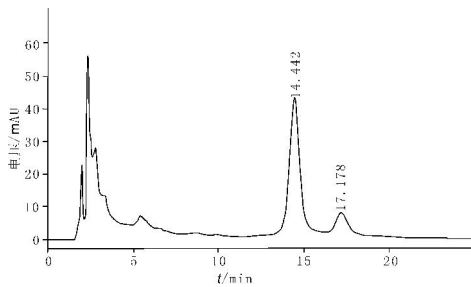


图 1 供试品溶液色谱图 (N = 3 139, R = 2.42)

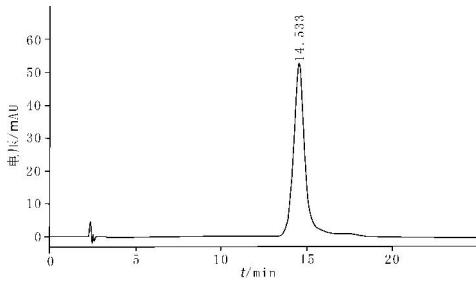


图 2 - 细辛醚对照品溶液色谱图

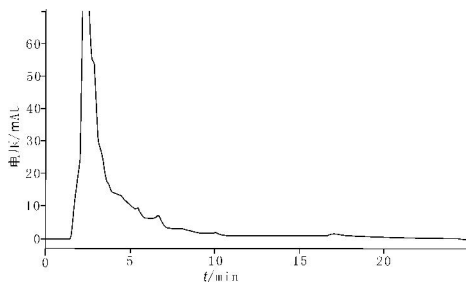


图 3 石菖蒲阴性样品溶液色谱图

2.4 线性关系考察 精密称取 - 细辛醚对照品 19.54 mg, 置 20 ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。精密量取 3, 3, 2, 2, 2, 1 ml 分别置 20, 25, 20, 50, 100, 200 ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别取 20 μl 按“2.1 项下色谱条件注入液相色谱仪, 以峰面积 Y 为纵坐标, 对照品浓度 X (μg/ml) 为横坐标, 进行线性回归。回归方程为:

$$Y = 46.2424X - 42.4588, r = 0.9999$$

表明 - 细辛醚在 4.885 ~ 146.55 μg · ml<sup>-1</sup> 浓度范围内具有良好的线性关系。

2.5 重复性实验 取同一批参杞益脑胶囊样品, 按“2.3 项下供试品溶液的制备方法制备 6 份供试品溶液, 按上述色谱条件测定, 结果 RSD 为 2.2%, 结果表明本法重复性良好。

2.6 精密度实验 精密吸取上述供试品溶液 20 μl, 连续进样 6 次, 按上述色谱条件测定 - 细辛醚峰面积, RSD 为 0.5%。

2.7 稳定性实验 取 1 份供试品溶液, 分别于 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 进样 20 μl, 按上述色谱条件测定 - 细辛醚的含量, RSD 为 0.6%, 结果表明供试品溶液在 10 h 内稳定。

2.8 回收率实验 精密称取已测定含量的样品 (批号 20060805; 含 - 细辛醚 1.57 mg/粒) 9 份 (每种浓度 3 份, 低浓度约 0.15 g, 中浓度约 0.25 g, 高浓度约 0.70 g), 置 50 ml 量瓶中, 分别精密加入 - 细辛醚对照品溶液 (0.2496 mg · ml<sup>-1</sup>) 3, 5, 15 ml, 每种加入量平行操作 3 份, 按“2.3 项下供试品溶液的制备

方法, 自“加甲醇约 30 ml..... 操作, 各进样 20 μl, 记录色谱图, 计算回收率。其高、中、低 3 种浓度的平均回收率分别为 103.2%, 102.1% 和 100.2%; RSD 分别为 0.4%, 0.3% 和 0.7%。结果见表 1。

2.9 样品含量测定 取不同批号的样品, 分别按“2.3 项下供试品溶液的制备方法制备, 测定含量。结果见表 2。

表 1 回收率实验结果

组别	样品重量 m/g	样品中含量 m/mg	加入量 m/mg	测得值 m/mg	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
低浓度	0.1421	0.4948	0.7488	1.2477	100.55	100.2	0.7
	0.1418	0.4937	0.7488	1.2375	99.33		
	0.1422	0.4951	0.7488	1.2489	100.67		
中浓度	0.2329	0.8109	1.2480	2.0854	102.12	102.1	0.3
	0.2575	0.8966	1.2480	2.1746	102.40		
	0.2335	0.8130	1.2480	2.084	101.84		
高浓度	0.6827	2.3771	3.7440	6.2327	102.98	103.2	0.4
	0.7222	2.5146	3.7440	6.3698	102.97		
	0.6838	2.3809	3.7440	6.2601	103.61		

表 2 样品中 - 细辛醚的含量测定

批号	- 细辛醚含量 /mg
20060701	1.55
20060702	1.54
20060703	1.74
20060704	1.62
20060705	1.49
20060801	1.83
20060802	1.56
20060803	1.51
20060804	1.62
20060805	1.57

\* 为每粒中含量

### 3 讨论

3.1 检测波长的选择 采用二极管阵列检测器, 在 200 ~ 400 nm 波长范围内检测 - 细辛醚在流动相中的紫外吸收图谱及参考相关文献<sup>[5]</sup>, 选择 257 nm 为检测波长。

3.2 流动相的选择 考察了不同比例的甲醇 - 水、乙腈 - 水及甲醇 - 0.1% 冰醋酸溶液等作为流动相体系, 以甲醇 - 0.1% 冰醋酸溶液 (60:40) 为流动相时效果最好, 供试品溶液中 - 细辛醚能与其它组分获得基线分离, 且主峰符合要求。

3.3 耐用性实验 考察不同厂牌的 HPLC 仪: Agilent 1100 高效液相色谱仪、岛津 LC-2010A 高效液相色谱仪; 不同厂牌的色谱柱: Thermo BDS Hypersil C<sub>18</sub> 柱, Luna C<sub>18</sub> 柱和 Lichrospher 100 RP-18e C<sub>18</sub> 柱, 由不同的实验者进行实验, 也可得到满意的色谱图, 表明本法的耐用性好。

致谢: 广州中医药大学第一附属医院实验中心的柯雪红老师为本实验研究提供了 - 细辛醚对照品, 在此表示感谢!

### 参考文献:

- [1] 郭晓鸥, 熊英, 肖丽和. 参杞益脑胶囊中毛蕊花糖苷的 HPLC 分析 [J]. 中成药, 2004, 26 (6): 458.
- [2] 国家药典委员会. 中国药典, 一部 [S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 62.
- [3] 胡锦官, 顾健, 王志旺. 石菖蒲及其有效成分对学习记忆的实验研究 [J]. 中药材, 1999, 22 (11): 584.
- [4] 刘春海, 刘西京, 杨华生. 石菖蒲挥发油的 GC-MS 分析 [J]. 中国医药学杂志, 2006, 24 (7): 1280.
- [5] 柯雪红, 魏刚, 方永奇. HPLC 测定石菖蒲药材中 - 细辛醚、- 细辛醚的含量 [J]. 中成药, 2002, 24 (10): 791.