

- [4] Z ishler TR, P iereb GF, H endon DN. Growth factors and woundhealing basic science and potential clinical applications Springer New York, 1997: 206-208
- [5] Anthony B, Q iang L, M elinda W, et al Differences in SLE disease activity between patients of Caucasian and South-EastAsian /Chinese background in all Australian hospital APLAR. 2003 17 (3): 233-235.
- [6] Kuhn A, H efer H, R uzjka T, et al Rediscovey of thalidomide successful treatment of discoid lupus erythematosus Hautarzt 2001 52 (8): 726-729
- [7] Neumann E, R aszfaj-Kotelba B. Fluticasonepropionate, corticosteroid for topical treatment. Polim erkuriusz-Lek, 1998 4(20): 92-94
- [8] Tremblay J F, Caret W. Atrophic facial scars secondary to discoid lupus erythematosus treatment using the Erbium: YAG laser Dermatol Surg 2001 27(7): 675-677.
- [9] 高津福,周晓惠,于淑华. 口腔粘膜盘状红斑狼疮治疗. 天津医学院学报, 1994 1(18): 58-60
- [10] 刘眷秀,刘圣君. 系统性红斑狼疮的口腔病损特点及治疗. 河北北方学院学报(医学版), 2007 1(24): 59-60
- [11] 周民站,孙大林. 转移因子治疗口腔慢性盘状红斑狼疮. 实用口腔医学杂志, 1995, 3(11): 229-230
- [12] 王玉贤. 中医治疗口腔盘状红斑狼疮的疗效观察. 现代中西医结合杂志, 2000, 1(9): 56-57
- [13] 黎德育. 辨证治疗系统性红斑狼疮性口腔溃疡 32例. 新中医, 2001 5(33): 58-59
- [14] 欧阳恒. 六味地黄丸在皮肤科临床上的应用. 中国中医药信息杂志, 2008, 1(15): 82-83
- [15] 陈敏慈,刘柳慧. 舌鳞状细胞癌并发系统性红斑狼疮 1例. 临床口腔医学杂志, 2007, 8(23): 298

反相高效液相色谱法测定消风散中欧前胡素的含量

陶健

【摘要】 目的 建立消风散中欧前胡素的含量测定方法。方法 采用反相高效液相色谱法测定含量。色谱柱: Ultimate XB C₁₈柱;流动相: 甲醇-水 (66: 34);流速: 1.0 ml/min;检测波长: 300 nm。结果 欧前胡素在 3.64~ 36.4 μg/ml 范围内与峰面积成良好的线性关系 ($r = 0.9999$);平均加样回收率为 99.8%, RSD= 1.14% ($n = 5$)。结论 本法灵敏、准确,重现性好,可作为消风散中欧前胡素的含量测定。

【关键词】 RP-HPLC; 消风散; 欧前胡素; 含量

Determination of Imperatorin in Xiaofeng Powder by RP-HPLC TAO Jian. Pingdingshan Hospital of Traditional Chinese Medicine, Henan Pingdingshan, Henan, 467000, China

【Abstract】 Objective To establish a RP-HPLC method for the determination of Imperatorin in Xiaofeng Powder. **Methods** The Ultimate XB C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) was used. The column temperature was 30°C, the mobile phase was a mixture of methanol-water (66: 34), the detected wavelength was 300 nm, and the flow rate was 1.0 ml/min. **Results** The linear ranges of Imperatorin was 3.64~ 36.4 μg/ml ($r = 0.9999$); The average recovery was 99.8%, RSD= 1.25% ($n = 5$). **Conclusion** The method is sensitive, accurate and reproducible. It can be used to determine the content of Xiaofeng Powder.

【Key words】 RP-HPLC; Xiaofeng Powder; Imperatorin; Determination

消风散是经河南省食品药品监督管理局批准的中药复方医院制剂,由白芷、荆芥穗、防风、紫苏叶、葛根等药物组成,具有祛风解表的功效,其质量标准中没有含量测定。白芷为方中君药,欧前胡素是白芷中重要活性成分^[1],笔者参考文献^[2-3]采用反相高效液相法对欧前胡素的含量进行了测定,具有分离度好、重现性好、灵敏度高的特点,可以有效的控制该制剂的含量。

1 仪器与试剂

岛津高效液相色谱系统: LC-10ADVP 输液泵, SPD-10AVP 紫外检测器,进样阀 10 μl 定量环, CTO-10ASVP 柱温箱。色谱柱: Kromasil C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)。工作站: CS-Light 色谱工作站。Preser 92SM-202A-DR 电子分析天平。欧前胡素对照品 (购于中国药品生物制品检定所,批号: 100826-200511); 消风散 (平顶山市中医医院制剂室,批号: 20081201, 20081217, 20081229); 甲醇为色谱纯; 水为纯净水; 其余试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Kromasil C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱; 流动相: 甲醇-水 (66: 34); SPD-10AVP 紫外检测器; 检测波长: 300 nm; 进样量: 10 μl; 流速: 1.0 ml/min; 柱温: 30°C; 欧前胡素与样品中的其他成分峰的分离度 $R > 2.0$ 。

2.2 溶液制备^[2]

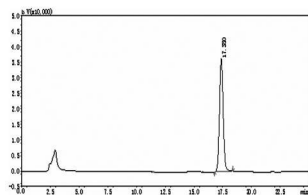
2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取欧前胡素对照品 9.1 mg 置 50 ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品贮备液 (含欧前胡素 182 μg/ml); 再精密量取贮备液 3 ml 置 25 ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成对照品溶液 (含欧前胡素 21.84 μg/ml)。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品约 1.0 g 精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 ml 密塞,称定重量,超声处理 (功率 300 W, 频率 50 kHz) 45 min,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得供试品溶液。

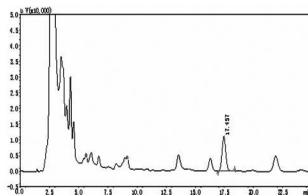
2.2.3 阴性对照溶液的制备 按处方比例及工艺,制备缺少白芷的阴性样品,再按供试品溶液的制备方法制备不含欧前胡素的阴性对照溶液。

2.3 线性关系考察 精密量取上述对照品贮备液 1、2、3、5 ml 分别置 50、50、50、25、25 ml 量瓶中, 加甲醇稀释成 5 个等差浓度 (3.64~36.4 $\mu\text{g}/\text{ml}$), 各取 10 μl 重复进样 ($n=3$), 记录色谱图。以吸收峰面积 Y 为纵坐标, 以欧前胡素进样量 X 为横坐标, 绘制标准曲线, 得线性回归方程 $Y = 0.00071463IX + 1.1516$, $r = 0.9999$ ($n=5$) 结果表明欧前胡素在 0.0364~0.3640 μg 范围内进样量与峰面积积分值之间线性关系良好。

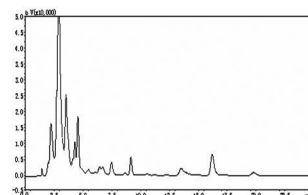
2.4 精密度试验 取对照品溶液, 重复进样 5 次, 每次 10 μl 测定其峰面积, 结果欧前胡素峰面积的 $RSD = 0.31\%$ ($n=$



A. 对照品溶液



B. 供试品溶液



C. 阴性样品溶液

图 1 高效液相色谱图

2.8 回收率试验 精密称取已知欧前胡素含量的样品 (批号 20081201) 5 份, 分别加入对照品储备液 1.0 ml 按供试品制备方法制备供试品溶液。并按上述色谱条件进行测定, 计算平均回收率为 99.8%, $RSD = 1.14\%$, 说明该含量测定方法可行。

2.9 样品含量测定 取不同批号样品三批, 照“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 照上述色谱条件进样 10 μl 分别测定峰面积, 按外标峰面积法计算欧前胡素含量, 三批样品含量分别为 0.092%、0.092%、0.089%。

3 讨论

3.1 中药制剂多为复方, 成分较复杂, 进样前需加适当处理。 该制剂有 5 味药组成, 试验中曾经采用甲醇超声 30、45、60 min 提取; 30% 乙醇回流 30、60、90 min 提取; 经过考察提取效果, 结果表明用超声直接处理, 简便易行, 欧前胡素提取较完全, 经比较约为回流提取所测数值的 1.5 倍; 比较超声提取时间以 45 min 提取效果最佳, 故选择超声提取 45 min。

3.2 流动相的选择 曾经选用多个流动相, 不同比例的甲醇-水, 乙腈-水, 甲醇-水-乙酸胺, 结果以甲醇-水 (66:34) 的峰

形及分离效果最好、主峰保留时间较短。可使样品中欧前胡素与相邻的色谱峰分离, 获得较好的峰形。

2.5 稳定性试验 取同一批号供试品溶液, 分别在 0、3、6、9、12 h 连续进样 5 次, 进样量 10 μl 测定峰面积, $RSD = 1.21\%$, 表明供试品溶液在 12 h 时间内稳定。

2.6 重复性试验 分别取同一批号供试品 1.0 g 5 份, 分别照供试品溶液制备方法制备供试品溶液, 在上述色谱条件测定含量, $RSD = 1.23\%$, 结果表明重复性良好。

2.7 干扰试验 分别精密量取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 10 μl 按上述色谱条件分别进行测定, 欧前胡素与其他组分的分离度 $R > 2.0$ 阴性对照无干扰, 见图 1。

形及分离效果最好、主峰保留时间较短。可使样品中欧前胡素与相邻的色谱峰分离, 获得较好的峰形。

3.3 检测波长的选择 取欧前胡素对照品溶液进行紫外扫描 (200~400 nm), 结果在 220、260、300 nm 处都有最大吸收, 但在 300 nm 附近无干扰峰。故选择检测波长为 300 nm。

3.4 根据《中国药典》2005 年版一部白芷药材含量测定项下规定的欧前胡素限度及该制剂处方与制法, 样品中欧前胡素的含量应不得低于 0.120 mg/g。从样品测定结果来看, 不同批号含量均未达到最低限度。可能与中药复方影响有效成分提取有关, 有待进一步研究更加高效简捷的提取方法。

参考文献

- [1] 阴建, 郭力弓. 中药现代研究与临床应用. 学苑出版社, 1995: 257.
- [2] 中国药典 (一部). 2005: 69, 620.
- [3] 黄新生. 高效液相色谱法定量测定辛芩冲剂中欧前胡素的含量. 中草药, 1988 (6): 19.

螺旋 CT 多平面和曲面重建在低位胆道梗阻诊断中的应用

田素伟 韩铭钧

【摘要】 目的 探讨多层螺旋 CT 多平面重建 (MPR) 和曲面重建 (CPR) 在低位胆道梗阻诊断中的临床应用和价值。方法 90 例低位胆道梗阻患者行薄层扫描, 进行冠状面、矢状面及斜面的多平面重建和沿胆道或胰管路径的曲面重建, 以手术、病理及临床随访结果为标准。结果 MPR 和 CPR 的定位诊断准确率均为 100%; 病因诊断准确率 MPR 为 95.6%, CPR 为 93.3%。结论 在低位胆道梗阻疾病的诊断中, MPR 和 CPR 的定位诊断能力相同, 病因诊断能力 MPR 略高于 CPR。两种重建技术有各自的优缺点, 在临床诊断中应相互结合、互为补充。

【关键词】 体层摄影术; X 线计算机; 图像重建; 计算机辅助; 胆道疾病

作者单位: 519000 中山大学附属第五医院放射科