

免疫功能的影响[J] . 中国实验方剂学杂志, 2008, 14 (1): 43-45.

[2] 袁秀荣, 谢 燕, 李国文. 肠安颗粒治疗肠易激综合征的药效学研究[J] . 中国新药与临床杂志, 2008, 27(3): 180-183.

[3] 李熙贵. 白芍治疗肾绞痛效果好[J] . 四川中医, 2000, 18(2): 17.

[4] 郭 平, 王继峰, 王升启. 芍药苷对放射线致血虚证小鼠骨髓 Epo 和 G-CSF 基因表达的影响[J] . 山东中医药大学学报, 2005, 29(3): 236-239.

[5] Tsai H Y, Lin Y T, Tsai C H, *et al.* Effects of paeoniflorin on the formalin-induced nociceptive behaviour in mice[J] . *J Ethnopharmacol*, 2001, 75(2-3): 267-271.

[6] Yu H Y, Mu D G, Chen J, *et al.* Suppressive effects of intrathecal paeoniflorin on bee venom-induced pain-related behaviors and spinal neuronal activation [J] . *Pharmacology*, 2011, 88(3-4): 159-166.

[7] 方雅靖. 五味子临床功效探究[J] . 中国民族民间医药, 2014(21): 78.

[8] 高静芳. 浅谈甘草的功效与现代药理研究[J] . 中国中医药现代远程教育, 2011, 9(18): 63-64.

[9] 中国中医研究院. 岳美中医案集[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1978: 65-66.

[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: 61, 80, 97.

[11] 李 松, 王 蓓, 浦香兰. HPLC-DAD 法测定银屑优化颗粒中芍药苷、甘草苷、落新妇苷、迷迭香酸和甘草酸[J]. 现代药物与临床, 2014, 29(4): 373-376.

[12] 彭永芳, 潘 莹, 魏娜娜. HPLC 法测定果脯佛手中甘草苷和甘草酸的含量[J] . 昆明师范高等专科学校学报, 2006, 28(4): 8-10.

[13] 张崇禧, 杨春华, 蔡恩博. HPLC 分析甘草中甘草酸和甘草苷含量[J] . 资源开发与市场, 2010, 26(8): 673-675.

[14] 李 慧, 孙艳杰, 王路宏. 高效液相色谱法测定人参五味子颗粒中五味子醇甲的含量[J] . 中国药品标准, 2009, 10(1): 57-59.

[15] 宣东平, 窦志华, 尤幅仪. 高效液相色谱法测定五味子浸膏中五味子醇甲与五味子乙素的含量[J] . 时珍国医国药, 2008, 19(3): 555-556.

参芪养心丸质量标准的研究

来泽渲¹, 胡 北², 马宏达², 史国兵^{2*}

(1. 辽宁医学院沈阳军区总医院研究生培养基地, 辽宁 锦州 121000; 2. 沈阳军区总医院, 辽宁 沈阳 110016)

摘要: **目的** 建立参芪养心丸(黄芪、丹参、苦参等)的质量标准。**方法** TLC 法定性鉴别黄芪、丹参和苦参, 高效液相色谱-蒸发光散射检测器(HPLC-ELSD)法测定黄芪甲苷的含有量, 高效液相色谱-紫外检测器(HPLC-UV)法同时测定苦参碱和氧化苦参碱的含有量。**结果** 黄芪、丹参、苦参的分离度良好, 斑点清晰。黄芪甲苷在 0.995 0 ~ 31.84 μg 范围内线性关系良好 ($r = 0.999\ 5$), 平均回收率为 99.4%, RSD 为 1.5% ($n = 6$)。苦参碱和氧化苦参碱的线性范围分别为 0.001 250 ~ 0.036 00 mg/mL ($r = 0.999\ 7$) 和 0.000 898 4 ~ 0.028 75 mg/mL ($r = 0.999\ 6$), 平均回收率分别为 98.2% (RSD = 1.6%) 和 98.4% (RSD = 1.7%)。**结论** 该标准能有效控制参芪养心丸的质量。

关键词: 参芪养心丸; 黄芪; 丹参; 苦参; 黄芪甲苷; 苦参碱; 氧化苦参碱

中图分类号: R927.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2016)05-1051-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2016.05.018

Quality standard for Shenqiyangxin Pills

LAI Ze-xuan¹, HU Bei², MA Hong-da², SHI Guo-bing^{2*}

(1. Postgraduate Training Base, General Hospital of Shenyang Military Region, Liaoning Medical University, Jinzhou 121000, China; 2. General Hospital of Shenyang Military Region, Shenyang 110016, China)

收稿日期: 2015-08-17
基金项目: 军队医疗机构制剂标准提高科研专项重点课题(13ZJZ02)
作者简介: 来泽渲(1989—), 女, 硕士生, 从事中药质量标准研究。Tel: 13386838780, E-mail: lxalk@163.com
* 通信作者: 史国兵(1966—), 男, 博士, 主任药师, 博士生导师, 从事临床药学研究。E-mail: sysgb@126.com

ABSTRACT: **AIM** To establish the quality standard for Shenqiyangxin Pills (*Astragalus membranaceus*, *Salvia miltiorrhiza*, *Sophora flavescens*, etc.). **METHODS** TLC was used for the qualitative analyses of *Astragalus membranaceus*, *Salvia miltiorrhiza* and *Sophora flavescens*, while high performance liquid chromatography-evaporative light scattering detector (HPLC-ELSD) was applied to the quantitative analysis of astragaloside, and high performance liquid chromatography-ultraviolet (HPLC-UV) was used for that of matrine and oxymatrine. **RESULTS** Clear spots from TLC verified the good separations of *Astragalus membranaceus*, *Salvia miltiorrhiza* and *Sophora flavescens*, Astragaloside showed a good linear relationship within the range of 0.995 0 – 31.84 μg ($r=0.999\ 5$), whose average recovery was 99.4% with the RSD of 1.5% ($n=6$). The linear ranges of matrine and oxymatrine were 0.001 250 – 0.036 00 mg/mL ($r=0.999\ 7$) and 0.999 7 – 0.028 75 mg/mL ($r=0.999\ 6$), whose average recoveries were 98.2% (RSD = 1.6%) and 98.4% (RSD = 1.7%), respectively. **CONCLUSION** This standard can help to control the quality of Shenqiyangxin Pills effectively.

KEY WORDS: Shenqiyangxin Pills; *Astragalus membranaceus*; *Salvia miltiorrhiza*; *Sophora flavescens*; astragaloside; matrine; oxymatrine

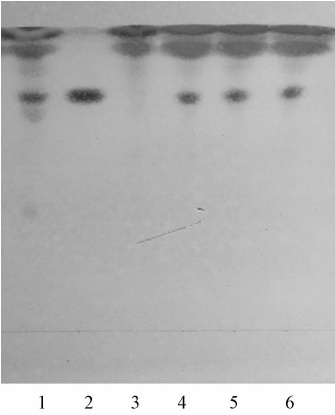
参芪养心丸是我院院内制剂，现已上市销售，批准文号沈制字（2011）F01039。该制剂由黄芪、苦参、丹参、党参、玄参、沙参、炙甘草 7 味药材组成，具有滋阴养血，益气养心的功效，临床上用于治疗心律不齐、室性早搏。查阅文献发现，目前只有苦参中的苦参总碱^[1]、丹参中的丹参酮Ⅱ_A^[2]、黄芪中的黄芪甲苷具有治疗心律不齐的作用^[3]，故本实验选择上述 3 种成分作为该制剂的主要药效成分，用于进行质量控制。通过 TLC 法对黄芪、丹参、苦参进行定性控制，通过高效液相色谱-蒸发光散射检测器（HPLC-ELSD）法对黄芪甲苷进行定量控制，通过高效液相色谱-紫外检测器（HPLC-UV）法同时测定苦参碱和氧化苦参碱的含有量。同时，还对黄芪甲苷含有量测定的前处理方法进行了研究。

1 仪器与材料

- 1.1 仪器 Waters 600 高效液相色谱仪，包括 Model 1000 蒸发光散射检测器、2487 紫外检测器（美国 Waters 公司）。
- 1.2 材料 黄芪甲苷（批号 110781-201314）、丹参酮Ⅱ_A（批号 110766-200619）、苦参碱（批号 110805-200508）、氧化苦参碱（批号 110780-201007）对照品（中国食品药品检定研究院）。黄芪（批号 120974-200609）、丹参（批号 120923-200912）、苦参（批号 121019-200304）对照药材（中国食品药品检定研究院）。参芪养心丸（沈阳军区总医院，批号 20130710、20140923、20150121）。黄芪、丹参、苦参阴性样品（自制）。
- 1.3 试剂 乙腈、甲醇为色谱纯（美国 Fisher 公司）；其他试剂均为分析纯；水为液相水。

2 TLC 鉴别

- 2.1 参芪养心丸中黄芪的鉴别
- 2.1.1 样品溶液的制备 取 3 批样品各 20 g，粉碎，加 50 mL 正丁醇，超声 1 h（40 kHz、150 W），过滤，滤液用 1% 氢氧化钠溶液洗涤 3 次，每次 35 mL，弃去下层，水饱和正丁醇将上层液洗到中性，分层，弃去下层，剩余液体水浴蒸干，1 mL 甲醇溶解残渣，即得。
- 2.1.2 对照药材溶液的制备 取对照药材 0.5 g，按“2.1.1”项下方法制备，即得。
- 2.1.3 阴性样品溶液的制备 取黄芪阴性样品适量，按“2.1.1”项下方法制备，即得。
- 2.1.4 对照品溶液的制备 取黄芪甲苷对照品适量，加甲醇制成 1 mg/mL 对照品溶液。
- 2.1.5 薄层条件 吸取上述溶液各 5 μL ，用毛细管点于同一硅胶 G 板上，预饱和 40 min，展开剂为二氯甲烷-甲醇-水（13：7：2）的下层溶液，显色剂为 10% 硫酸乙醇溶液，热风吹至清晰显色。结果见图 1。
- 2.2 参芪养心丸中丹参的鉴别
- 2.2.1 样品溶液的制备 取 3 批已粉碎的样品各 30 g，加 80 mL 乙醚 15 g 和硅藻土，超声 40 min（40 kHz、150 W），过滤，滤液水浴蒸干，1 mL 乙酸乙酯溶解残渣，即得。
- 2.2.2 对照药材溶液的制备 取丹参对照药材 2 g，按“2.2.1”项下方法制备，即得。
- 2.2.3 阴性样品溶液的制备 取丹参阴性样品适量，按“2.2.1”项下方法制备，即得。
- 2.2.4 对照品溶液的制备 取丹参酮Ⅱ_A对照品适量，加乙酸乙酯制成 1 mg/mL 对照品溶液。

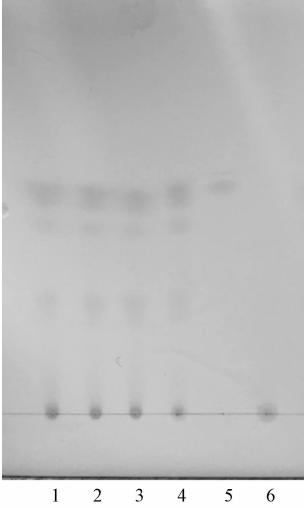


1. 黄芪 2. 黄芪甲苷 3. 黄芪阴性样品 4~6. 样品
1. *Astragalus membranaceus* 2. astragaloside 3. negative sam-
ple without *Astragalus membranaceus* 4-6. samples

图 1 黄芪 TLC 色谱图

Fig. 1 TLC chromatogram of *Astragalus membranaceus*

2.2.5 薄层条件 吸取上述溶液各 3 μL，用毛细管点于同一硅胶 G 板上，展开剂为石油醚-乙酸乙酯（4：1），晾干显色。结果见图 2。



1~3. 样品 4. 丹参 5. 丹参酮Ⅱ_A 6. 丹参阴性样品
1-3. samples 4. *Salvia miltiorrhiza* 5. tanshinone II_A
6. negative sample without *Salvia miltiorrhiza*

图 2 丹参 TLC 色谱图

Fig. 2 TLC chromatogram of *Salvia Miltiorrhiza*

2.3 参芪养心丸中苦参的鉴别

2.3.1 样品溶液的制备 取 3 批已粉碎的样品各 10 g，加 5 mL 氨水和 100 mL 二氯甲烷，超声 40 min（40 kHz 150 W），过滤，滤液水浴蒸干，1 mL 二氯甲烷溶解残渣，即得。

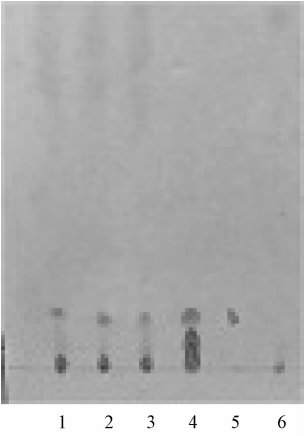
2.3.2 对照药材溶液的制备 取苦参对照药材

0.5 g，按“2.3.1”项下方法制备，即得。

2.3.3 阴性样品溶液的制备 取苦参阴性样品适量，按“2.3.1”项下方法制备，即得。

2.3.4 对照品溶液的制备 取苦参碱对照品 1 mg，加二氯甲烷制成 1 mg/mL 对照品溶液。

2.3.5 薄层条件 吸取上述溶液各 3 μL，用毛细管点于同一硅胶 G 板上，展开剂为二氯甲烷-氨水-甲醇（5：0.3：0.2）的下层液，显色剂为碘化铋钾溶液。结果见图 3。



1~3. 样品 4. 苦参 5. 苦参碱 6. 苦参阴性样品
1-3. samples 4. *Sophora flavescens* 5. matrine 6. negative sam-
ple without *Sophora flavescens*

图 3 苦参 TLC 色谱图

Fig. 3 TLC chromatogram of *Sophora flavescens*

3 黄芪甲苷含量测定

3.1 色谱条件^[4] Welchrom-C₁₈ 色谱柱（200 mm × 4.6 mm，5 μm）；柱温室温；流动相乙腈-水（32：68）；体积流量 1.0 mL/min；漂移管温度 70 ℃。

3.2 溶液的制备

3.2.1 对照品溶液 精密称取黄芪甲苷对照品适量，甲醇溶解，制成每 1 mL 含 0.398 0 mg 的黄芪甲苷溶液，即得。

3.2.2 供试品溶液 精密称取已粉碎的样品 5 g，50 mL 纯甲醇中浸泡过夜，索氏提取 4 h，提取液水浴蒸干，残渣用 30 mL 水溶解，水饱和正丁醇萃取 4 次，每次 40 mL，收集正丁醇层，再用氨试液洗涤 2 次，每次 40 mL，弃去氨试液，蒸干正丁醇液，残渣加 5 mL 水溶解，过 D-101 大孔吸附树脂柱，依次用蒸馏水 80 mL、40% 乙醇 100 mL、70% 乙醇 200 mL 洗脱，收集 70% 乙醇洗脱液，水浴蒸干，甲醇溶解残渣，5 mL 量瓶定容，即得。

3.2.3 阴性样品溶液的制备 取黄芪阴性样品，按“3.2.2”项下方法制备，即得。

3.3 专属性考察 吸取上述溶液各 20 μL，注入 HPLC-ELSD 色谱仪中分析，结果见图 4。由图可知，黄芪甲苷的保留时间约为 15.1 min，而且阴性样品不干扰测定，分离度大于 1.5，理论塔板数大于 4 000，表明该方法专属性良好。

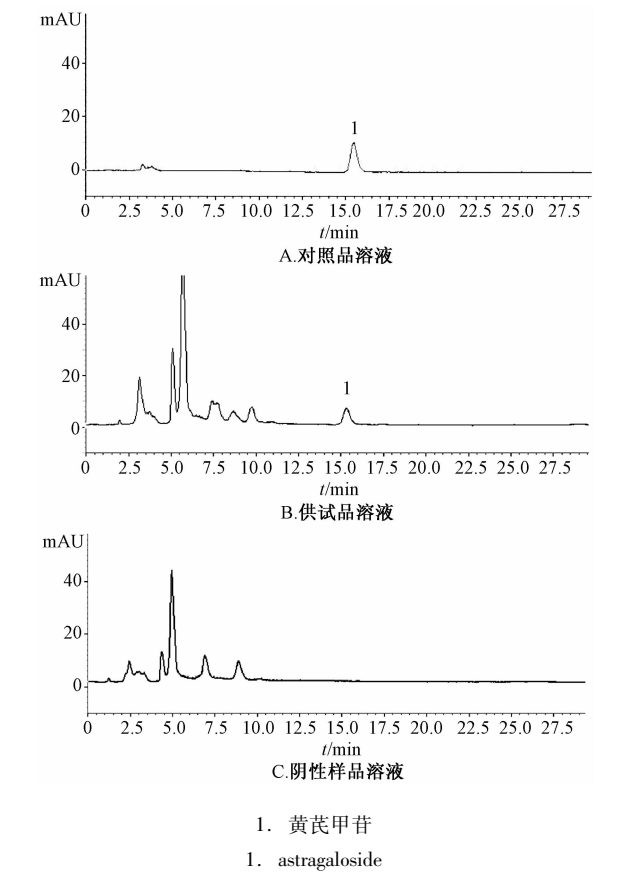


图 4 HPLC-ELSD 色谱图
Fig. 4 HPLC-ELSD chromatograms

3.4 线性关系考察 吸取 0.049 75、0.099 50、0.199 0、0.398 0、0.796 0、1.592 0 mg/mL 黄芪甲苷对照品溶液各 20 μL，注入 HPLC-ELSD 色谱仪中分析，以对照品质量浓度 (mg/mL) 的自然对数为横坐标 (X)，峰面积的自然对数为纵坐标 (Y) 绘制曲线，得回归方程 $Y=1.487\ 1X+9.137\ 8$ ， $r=0.999\ 5$ ($n=6$)，表明黄芪甲苷在 0.995 0 ~ 31.84 μg 范围内线性关系良好。

3.5 精密度考察 吸取含 0.398 0 mg/mL 黄芪甲苷的对照品溶液 20 μL，连续进样 6 次，测得 RSD 为 2.1%，表明仪器精密度良好。

3.6 稳定性考察 取供试品溶液 (批号 20130710) 5 份，每份 20 μL，在 0、2、4、8、

12 h 进样，测得 RSD 为 2.8%，表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

3.7 重复性考察 精密称取同一样品 (批号 20130710) 6 份，每份 5 g，按“3.2.2”项下方法制备供试品溶液，进样 20 μL，测得黄芪甲苷的平均含量为 0.347 7 mg/g，RSD 为 2.4% ($n=6$)，表明该方法重复性较好。

3.8 回收率考察 精密称取样品 (批号 20130710，含黄芪甲苷 0.347 7 mg/g) 2.5 g，共 6 份，加入对照品溶液 (0.349 1 mg/mL) 2.5 mL，按“3.2.2”项下方法制备供试品溶液，进样 20 μL，结果见表 1。

表 1 黄芪甲苷回收率试验结果

Tab. 1 Results of recovery tests for astragaloside

称样量/ g	原有量/ mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回收率/ % (RSD/%)
2.500 4	0.869 4	0.872 8	1.758 3	101.8	
2.500 1	0.869 3	0.872 8	1.734 8	99.2	
2.501 2	0.869 7	0.872 8	1.727 1	98.3	99.4
2.501 0	0.869 6	0.872 8	1.742 5	100.0	(1.5)
2.500 6	0.869 5	0.872 8	1.720 1	97.5	
2.500 2	0.869 3	0.872 8	1.740 5	99.8	

3.9 样品含有量测定 取 3 批样品，按“3.2.2”项下方法制备供试品溶液，吸取对照品 10、20 μL，以及供试品 20 μL，进样测定，外标两点法计算，结果见表 2。根据表中实验数据，暂定参芪养心丸中黄芪甲苷的含有量不得少于 0.1 mg/g。

表 2 含有量测定结果

Tab. 2 Results of content determination

批号	称样量/g	黄芪甲苷/(mg·g ⁻¹)	平均值/(mg·g ⁻¹)
20140923	5.023 0	0.274 0	0.291 6
	5.087 2	0.309 1	
20141126	5.011 0	0.313 9	0.319 4
	5.054 4	0.324 9	
20150121	5.000 3	0.106 2	0.111 8
	5.009 6	0.117 4	

4 苦参碱和氧化苦参碱含有量的同时测定

4.1 色谱条件 Diamonsil -C₁₈ 色谱柱 (200 mm × 4.6 mm，5 μm)；检测波长 210 nm；柱温室温；流动相乙腈-甲醇-0.1% 磷酸盐溶液 (三乙胺调 pH 至 7.5) (12 : 5 : 83)^[5]；体积流量 1.0 mL/min。

4.2 溶液的制备

4.2.1 对照品溶液 精密称取苦参碱和氧化苦参碱对照品适量，甲醇溶解，制成每 1 mL 溶液含 1.15 mg 氧化苦参碱和 1.44 mg 苦参碱的溶液，作

为贮备液，稀释 10 倍，即得。

4.2.2 供试品溶液 精密称取已粉碎的样品 10 g，加 4 mL 氨水和 100 mL 二氯甲烷，超声提取 30 min，滤过，提取液水浴蒸干，残渣用 50 mL 甲醇溶解定容，即得。

4.2.3 阴性溶液 取苦参阴性样品，按“4.2.2”项下方法制备，即得。

4.3 专属性考察 吸取上述溶液各 20 μL，注入 HPLC-UV 色谱仪中分析。结果，两者均能很好地与其他组分分离，分离度大于 1.5，理论塔板数大于 3 000，阴性样品无干扰。

4.4 线性关系考察 将混合对照品稀释成 6 个质量浓度（苦参碱分别为 0.036、0.018、0.009、0.004 5、0.002 25、0.001 25 mg/mL，氧化苦参碱分别为 0.028 75、0.014 38、0.007 188、0.003 594、0.001 797、0.000 898 4 mg/mL），吸取上述溶液各 20 μL，注入 HPLC-UV 色谱仪中分析，以对照品质量浓度（mg/mL）为横坐标（*X*），峰面积为纵坐标（*Y*）绘制曲线，得苦参碱的线性方程 $Y = 69\,762\,657X + 366\,386$ ， $r = 0.999\,7$ （ $n = 6$ ）；氧化苦参碱的线性方程 $Y = 93\,741\,610X + 160\,056$ ， $r = 0.999\,6$ （ $n = 6$ ），表明苦参碱在 0.025 ~ 0.720 μg、氧化苦参碱在 0.017 97 ~ 0.575 0 μg 范围内线性关系良好。

4.5 精密度考察 吸取含 0.009 mg/mL 苦参碱、0.007 188 mg/mL 氧化苦参碱的混合对照品溶液各 20 μL，连续进样 6 次，测得两者峰面积 RSD 分别为 0.57%、0.63%，表明仪器精密度良好。

4.6 稳定性考察 取供试品溶液（批号 20130710）5 份，每份 20 μL，在 0、2、4、8、12 h 进样分析，测得苦参碱和氧化苦参碱峰面积 RSD 分别为 0.72% 和 0.77%，表明供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。

4.7 重复性考察 精密称定同一批样品（批号 20130710）6 份，每份 10 g，按“4.2.2”项下方法制备供试品溶液，进样 20 μL，测得苦参碱和氧化苦参碱平均含有量分别为 0.131 0 mg/g 和 0.015 36 mg/g，RSD 均约为 1.7%（ $n = 6$ ），表明该方法重复性较好。

4.8 回收率考察 精密称取样品（批号 20130710，含苦参碱 0.131 0 mg/g，氧化苦参碱 0.015 36 mg/g）5 g，共 6 份，加入对照品溶液（含苦参碱 0.132 2 mg/mL，氧化苦参碱 0.016 40 mg/mL）5 mL，按“4.2.2”项下方法制

备供试品溶液，进样 20 μL。结果见表 3。

表 3 苦参碱和氧化苦参碱回收率试验结果

Tab. 3 Results of recovery tests for matrine and oxymatrine

成分	称样量/ g	原有量/ mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回收 率/% (RSD/%)
苦参碱	5.033 4	0.659 4	0.661 0	1.315 7	99.3	98.2
	5.009 4	0.656 2	0.661 0	1.300 2	97.4	(1.6)
	5.026 5	0.658 5	0.661 0	1.301 3	97.2	
	5.009 0	0.656 2	0.661 0	1.298 9	97.2	
	5.045 4	0.660 9	0.661 0	1.328 4	101.0	
	5.002 7	0.655 4	0.661 0	1.297 7	97.2	
氧化苦 参碱	5.033 4	0.077 3	0.082 0	0.158 1	98.5	98.4
	5.009 4	0.076 9	0.082 0	0.156 0	96.4	(1.7)
	5.026 5	0.077 2	0.082 0	0.159 2	100.0	
	5.009 0	0.076 9	0.082 0	0.015 9	100.2	
	5.045 4	0.077 5	0.082 0	0.015 7	96.6	
	5.002 7	0.076 8	0.082 0	0.015 8	98.9	

4.9 样品含有量测定 取 3 批样品，按“4.2.2”项下方法制备供试品溶液，吸取对照品 10、20 μL，供试品 20 μL，进样测定，外标两点法计算。结果，苦参碱平均含有量为 0.130 6 mg/g，RSD 为 1.8%；氧化苦参碱平均含有量为 0.014 96 mg/g，RSD 为 2.0%。根据实验数据，暂定参芪养心丸中苦参碱和氧化苦参碱的总含有量不得少于 0.1 mg/g。

5 讨论

在测定黄芪甲苷的含有量前，本实验先对样品的前处理方法进行了研究。首先比较索氏提取和超声提取，发现前者更有效。然后考察 50%、70%、100% 甲醇，发现 100% 甲醇的提取效果最佳。再研究 2、4、6 h 提取时间，发现 4 h 和 6 h 时黄芪甲苷的提取量相差不大，并均明显高于 2 h。最终，确定前处理方法为 100% 甲醇，索氏提取 4 h。

TLC 法鉴别丹参时，曾采用了《中国药典》2010 年版^[4]中丹参脂溶性成分的鉴别方法，但斑点分散，故减少了点样量，发现斑点明显清晰。

《中国药典》中苦参的薄层层析和显色^[4]较复杂，操作性不强。因此，考察了苯-丙酮-乙酸乙酯-浓氨（2：2：4：0.2）展开系统和碘化铋钾显色方式^[6]，发现比移值过小，而采用本实验中的展开剂时，避免了使用毒性较大的苯，而且斑点清晰，简单易行。

黄芪为参芪养心丸的主药，而黄芪甲苷又是其主要活性物质，故本实验选择其作为质量控制的指标性成分。查阅文献[7-9]可知，有多种测定黄芪甲苷含有量的方法，但由于本制剂药材较多，而

且黄芪甲苷无紫外吸收,故采用 HPLC-ELSD 法进行检测。结果表明,该方法能较好地测定其含有量。

在测定苦参碱和氧化苦参碱含有量时,曾采用 HPLC-ELSD 法^[10]进行分析,但由于拖尾严重而放弃。在选择流动相时,考察了甲醇-水、乙腈-水、乙腈-无水乙醇-3% 磷酸溶液(82:9:9)^[11],但分离效果均不如乙腈-甲醇-0.1% 磷酸溶液(三乙胺调 pH 至 7.5)。

参考文献:

[1] 王和平,韩艳艳,王建明. 苦参总碱贴片抗心律失常作用的实验研究[J]. 中医药信息,2008,25(5): 80-81.

[2] 周 倩,钟 强. 丹参酮Ⅱ_A对急性心肌缺血室性心律失常的影响 [D]. 武汉:华中科技大学,2013.

[3] 龚奥娣,孙敬和. 黄芪甲苷对心肌缺血心律失常大鼠模型 Ca²⁺ 浓度影响初步研究[J]. 亚太传统医药,2013,9(8): 11-12.

[4] 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.

[5] 谈 静,方 芳,曾 倩,等. 妇康洗剂质量标准研究[J]. 中药与临床,2014,5(12): 48-52.

[6] 刘 华,徐向荣,唐 丽. 薄层色谱法鉴别保健品中的苦参碱[J]. 中国卫生检验杂志,2007,17(19): 1715-1716.

[7] 刘浩文,刘 嘉,杨妙荣,等. 黄芪药材中黄芪甲苷含量测定的两种方法的比较研究[J]. 中药新药与临床药理,2011,22(6): 659-660.

[8] 王春娥,李 桃. 复方黄芪片中黄芪甲苷含量测定方法研究[J]. 国际医药卫生导报,2005,11(8): 78-80.

[9] 欧阳春华. 黄芪甲苷含量测定几种常见方法的比较[J]. 中国现代应用物理,2009,3(15): 139-140.

[10] 曹 娟,孙艳清,齐永秀. HPLC-ELSD 法测定复方苦参洗剂中苦参碱的含量[J]. 安徽医药,2010,14(2): 161-162.

[11] 杨 辉,李 静,农家业. HPLC 法测定艾滋病口腔含漱液中苦参碱与氧化苦参碱的含量[J]. 中国药师,2014,17(6): 1035-1036.

LC-MS 法检验减肥类产品中非法添加的氟西汀

马春艳, 封淑华*, 冯 丽, 段 琼, 胡伟杰
(河北省药品检验研究院, 河北 石家庄 050011)

摘要: **目的** 建立液相色谱-质谱联用(LC-MS)法测定减肥类产品中非法添加的氟西汀。**方法** 质谱定性分析采用 Shimadzu Shim-pack XR-ODS 色谱柱(100 mm×2.0 mm, 2.2 μm); 流动相为甲醇-0.01 mol/L 乙酸铵(含 0.1% 乙酸), 梯度洗脱; 体积流量 0.3 mL/min。液相色谱定量分析采用 Inertsil ODS-SP C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-乙腈-0.8% 三乙胺溶液(磷酸调 pH 至 5.8)(5:35:60); 检测波长 226 nm; 体积流量 1.0 mL/min。**结果** 在 72 批样品中,有 2 批(均为平衡素)非法添加了氟西汀。**结论** 该方法快速、准确、灵敏度高,可用于检验非法添加的氟西汀。

关键词: 减肥类产品; 非法添加; 氟西汀; LC-MS

中图分类号: R927.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2016)05-1056-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2016.05.019

Detection of fluoxetine illegally added into slimming products by LC-MS

MA Chun-yan, FENG Shu-hua*, FENG Li, DUAN Qiong, HU Wei-jie
(Hebei Provincial Institute for Drug Control, Shijiazhuang 050011, China)

收稿日期: 2015-12-29

基金项目: 河北省食品药品监督管理局重点科技项目(ZD2014006)

作者简介: 马春艳(1984—),女,硕士,工程师,从事保健食品和药物分析研究。Tel: (0311) 85212004-8082, E-mail: nancyma054@163.com

* 通信作者: 封淑华(1864—),女,主任药师,从事药物分析研究。Tel: (0311) 89892090, E-mail: shuhua08@sina.com