



• 影像与检验 •

# HPLC 测定蒙药三臣丸中羟基红花色素 A 的含量

李福全 邵呼日乐 ( 呼伦贝尔市蒙医医院 021008 )

**摘要：**目的 用高效液相色谱 (HPLC) 法测定三臣丸中羟基红花色素 A 的含量。**方法** 采用 Thermo—C18 柱 (4.6×250mm/5μm) 为色谱柱；以十八烷基硅键合硅胶为填充剂；以甲醇—乙腈—0.7% 磷酸溶液 (26:2:72) 为流动相；检测波长为 403nm；柱温为 30℃。**结果** 本方法稳定，RSD%=0.83%。**结论** 该方法测定结果准确可靠，可以作为三臣丸质量控制的参考依据。

**关键词：**蒙药 三臣丸 羟基红花色素 A**中图分类号：**R291.2 **文献标识码：**A **文章编号：**1009-5187 (2018) 15-212-02

## Determination of Hydroxysafflorin A in Mongolian Medicine Sanchen Pill by HPLC

LI Fuquan<sup>1</sup>, TAI Hu-ri-le<sup>2</sup> (Hulunbeier Mongolian Medical Hospital 021008)

**Abstract :** Objective To determine the content of hydroxy safflower pigment A in Sanchen Pill by high performance liquid chromatography (HPLC). **METHODS** Thermo—C18 column (4.6 x 250mm /5 μm) was used as the column ; octadecylsilane Bonded silica gel as a filler; methanol-acetonitrile-0.7% phosphoric acid solution (26:2:72) as mobile phase; detection The wavelength was 403 nm; the column temperature was 30 °C; **RESULTS** The method was stable, RSD% = 0.83%. **CONCLUSION** The method is accurate and reliable, and can be used as a reference for the quality control of Sanchen Pill.

**Key words :** Mongolian medicine; Sanchen Pill; Hydroxy safflower pigment A

三臣丸 (蒙药名为: 图喜木勒-3) 由: 人工牛黄 250g, 红花 250g, 天竺黄 250g 等三味蒙药材组成; 具有息风降火。用于小儿温热高烧, 肺热咳嗽, 各种惊风。原普通三臣丸 (人工牛黄, 红花, 天竺黄) 在《卫生部药品标准蒙药分册》1998 版上<sup>[1]</sup>, 对人工牛黄定薄层鉴别方法。尚未见报道三臣丸质量检测项目; 红花成为名贵蒙药, 具有锁脉, 调经, 清肝热, 滋补强身, 止痛, 消肿功能; 主治肝热, 血热, 月经不调, 肝宝如病上下渗漏而吐血、便血, 难产, 外伤出血, 血热性头痛, 心热等症。近几年来红花的价格一直飙升, 在蒙中药材市场屡见红花造假、以次充好的现象, 影响到含红花蒙中成药的质量。笔者采用高效液相色谱 (HPLC) 法测定三臣丸中红花的特征成分之一羟基红花色素 A 的含量, 为完善该制剂的质量标准提供依据。

### 1 仪器与试剂

#### 1.1 仪器

Thermo Fisher U3000HPLC 高效液相色谱系统 (美国赛默飞世儿公司), 包含四元泵系, 自动进样器。内置柱温箱, 紫外-可见光检测器, 赛多利斯仪器 (北京) 有限公司万分之一分析天平 BSA124S、十万分之一分析天平 BT25S。

#### 1.2 试剂

甲醇 (天津市协和吴鹏色谱科技有限公司), 乙腈 (沈阳华东试剂厂) 均为色谱纯; 羟基红花色素 A (批号: 111637, 96.5%, 中国食品药品检定研究院); 红花 (批号: 1801183,

安徽普仁); 三臣丸 (呼伦贝尔市蒙医医院院制剂)

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件及系统适用性试验

色谱柱: Thermo—C18 柱 (250mm ~ 4.6, 5μm); 流动相: 以甲醇—乙腈—0.7% 磷酸溶液 (26:2:72); 检测波长为 403nm; 柱温为 30℃; 进样量: 10μl。分别吸取对照品溶液、供试品溶液。注入液相色谱仪, 按照上述色谱条件进行分析, 结果显示羟基红花色素 A, 理论板数 6000。结果: 本方法稳定, RSD%=0.83%。

#### 2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备: 取羟基红花黄色素 A 对照品适量, 精密称定, 加 25% 甲醇制成每 1ml 中含 0.13mg 的溶液, 即得。

2.2.2 供试品溶液的制备: 取本品粉末 (过三号筛) 约 0.4g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 25% 甲醇 50ml, 称定重量, 超声处理 (功率 300W, 频率 50KHz) 40 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 25% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

#### 2.3 精密度试验

精密吸取羟基红花黄色素 A 对照品溶液 (0.13mg/ml), 连续进样 5 次, 按“2.1”项下色谱条件注入液相色谱仪测定。计算测得羟基红花黄色素 A, 5 次峰面积的 RSD 为 0.83%; 表明方法的精密度良好。

#### 2.4 检测结果

表-1: 羟基红花黄色素 A 峰面积

对照品	对照品 (g)	RSD%	红花 (g)	羟基红花黄色素 A	三臣丸 (g)	三臣丸 A
57.4702	0.00281	0.83%	0.3938	75.4472	0.3982	16.2699
56.6838			0.4008	73.5973	0.3997	16.3037
56.8989				75.6701		17.1921
56.4606				75.7807		16.3571
56.2517						

测得羟基红花黄色素 A 红花供试品中含 1.80%, 三臣丸中含 0.40%。

作者简介: 李福全 (男): 主管药师, 研究生, 蒙药质量标准研究。

邵呼日乐 (男): 主任医师, 内蒙古自治区名蒙医, 研究生导师。

• 212 •

### 3 讨论

在红花中羟基红花黄色素 A 含量不得少于 1.0%。<sup>[2]</sup> 本实验三臣丸 0.3989g 中羟基红花黄色素 A 含量 0.40%, 红花本方子中所占比重为 33.33%。经算此方中红花所含羟基红花黄色素 A 含量 1.2% > 1.0%。至三臣丸 15g 中羟基红花黄色素 A 含量不得少于 0.05g。HPLC 法测定此方含量, 稳定可靠, 易操作,



可做此方质量控制依据。

#### 参考文献

[1] 国家卫生部药典委员会.《卫生部药品标准蒙药分册》:1998

版[S].内蒙古科学技术出版社,1998:59.

[2] 国家药典委员会.《中华人民共和国药典》:2015版一部[S].北京:中国医药科技出版社,2015:151.

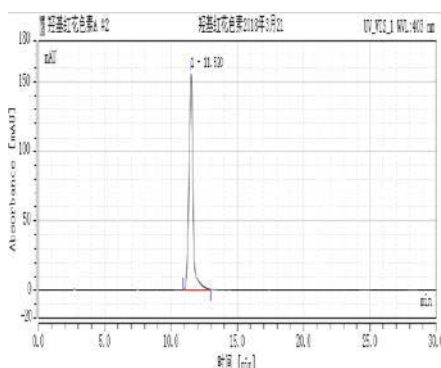


图1: 羟基红花黄色素A

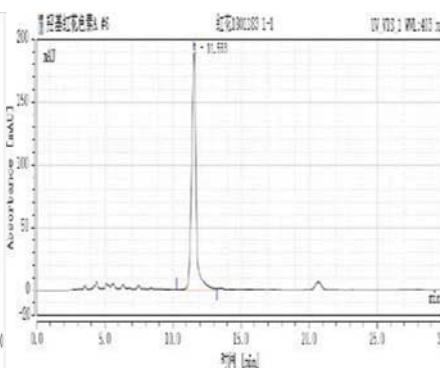


图2: 红花供试品

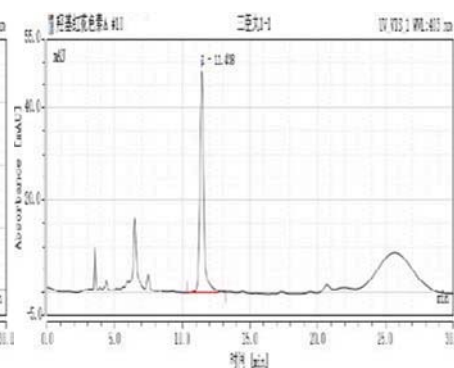


图3: 三臣丸

#### (上接第209页)

重的增减使计划靶区和实际靶区误差可达%10以上,因治疗前、中、后体重的增加和减少(体重下降占多数)可严重影响靶区的精度!故每周测体重一次,如有变化,重新CT定位和设计治疗计划。

3.4 加速器治疗床面(网状支架)和模拟机床面(平板式)不一致也是导致摆位误差的一个重要因素。由于加速器治疗床面部分采用了聚脂膜网状结构,使床的刚性降低,当患者治疗位置较前或病人较胖时,床面出现一定程度向下倾斜,特别是某些因特殊治疗需要将网状床面推向一侧时床面变形可能更大,对体表定位标记会产生一定影响,这种移位表现在患者的三个激光标记总是不能吻合一致。因此必须及时加

以纠正,必要时可使用适当的固定装置,使摆位误差减小到最低限度。

总之,提高摆位质量,关键在于医技人员高度的责任心和精湛熟练的摆位技术。同时在工作中还应不断探索和总结,使摆位质量更精更高,才能促进放射治疗质量的提高。

#### 参考文献

[1] 王巍,负压真垫对精确放疗体位固定的影响[J].医疗卫生装备,2008,5,(29):91-92.

[2] 于龙珍,翟振宇,尤君妹.体部肿瘤精确放疗摆位误差分[J].中国医学物理学杂志,2007,24(3):160-162.

[3] 应惟良,丁生荷,金亮.浅谈影响放疗摆位精度的相关因素[J].井冈山医专报,2008,15,(4):9-15.

#### (上接第210页)

明显,伴随疾病发展会出现器官受压而产生的各种症状,尤其是左上腹痛。(5)脾血管瘤:常见的良性肿瘤。CT平扫显示低密度影,边界清晰,可单发或多发。本实验中仅1例脾血管瘤患者,周边有明显淋巴结,多发病灶。(6)炎性假瘤:其发病机制尚未明确,部分学者认为其主要因血管堵塞、感染或自身免疫系统引起的反应性疾病。本实验中CT显示其结节大小约为3.3cm×3.9cm,存在明显细线状钙化。

综上所述,对于脾脏原发性肿瘤患者,CT具有较高的临床诊断价值,能够清楚表现脾脏大小、病灶状况、形态、周边脏器状况以及淋巴结是否肿大等情况,值得临床推广应用。

#### 参考文献

[1] 曹佳颖,张晖,王文平,等.超声造影和增强CT诊断脾实质性肿瘤的比较研究[J].肿瘤影像学,2015,24(1):30-34.

[2] 王伟,张伟强,俞方荣,等.脾脏单发肿瘤或肿瘤样病变的CT表现[J].中国介入影像与治疗学,2015,12(11):665-668.

[3] 姜珏,许永波,周琦,等.超声造影和螺旋CT增强扫描诊断脾脏良恶性病变价值[J].中华实用诊断与治疗杂志,2013,27(11):1104-1106.

[4] 郑见宝,孙学军,马茂,等.原发性脾脏肿瘤47例诊治体会[J].中华肝胆外科杂志,2015,21(12):833-835.

[5] 李守红,郭晓华,石尖兵,等.脾脏原发性淋巴瘤的CT、MRI诊断[J].中华临床医师杂志(电子版),2013,7(7):3202-3203.

[6] 白晓枫,解亦斌,赵东兵,等.原发性脾脏肿瘤125例临床分析[J].中国医刊,2013,48(6):26-28.

#### (上接第211页)

本次研究中也发现对于浆膜受到肿瘤浸润的判断中比较可靠,然而有时检查中提示浆膜表面模糊,并且未出现软组织影,或者由于异常的软组织影相对较为细小时,则对于CT值的测定较为困难,因此无法判断具体的强化程度。结肠癌患者淋巴结转移多数均属于小淋巴结,有研究指出<sup>[5]</sup>,结肠癌患者5mm及以下淋巴结发生转移率高达65%左右。但是反应性及炎性肿大淋巴结和转移性淋巴结两者之间的鉴别难度较高。本次研究中9例发生淋巴结转移的患者其淋巴结直径小于5mm患者数量较多,值得注意的是再进行结肠充气螺旋CT检查之前需要彻底进行肠道清洁之后再注入空气,确保患者肠道能够充分扩张,这样有助于检查过程中对病灶部位的观察,防止出现误诊及漏诊情况。

综上所述,结肠充气螺旋CT在结肠癌患者的手术前分期诊断中具有一定诊断应用价值,同时也存在一定局限性。

#### 参考文献

[1] 曹慧芳,史浩,柯勇等.多层螺旋CT扫描在结肠癌诊断和术前分期中的应用价值[J].医学影像学杂志,2007,12(07):716-719.

[2] 高德培,李鹏,封俊等.直肠低张充气16层螺旋CT扫描对直肠癌的诊断价值[J].医学影像学杂志,2007,14(12):1351-1353.

[3] 孙灿辉,孟俊非,李子平等.结肠充气螺旋CT对结肠癌术前分期的诊断价值[J].中华胃肠外科杂志,2004,34(02):107-110.

[4] 周纯武,李静,赵心明.螺旋CT对结肠癌术前分期的评价[J].中华肿瘤杂志,2002,23(03):70-73.

[5] 魏茂泉.多排螺旋CT检查对结肠癌诊断的特殊价值[J].中国医药科学,2011,1(17):154-155.