

- cancer cells is mediated by the hippo pathway component TAZ and its downstream transcriptional targets Cyr61 and CTGF [J]. *Cancer Res*, 2011, 71(7): 2728-2738.
- [2] ALI I, RAHIS-UDDIN SALIM K, et al. Advances in nano drugs for cancer chemotherapy [J]. *Curr Cancer Drug Targets*, 2011, 11(2): 135-146.
- [3] CARUTHERS S D, WICKLINE S A, LANZA G M. Nanotechnological applications in medicine [J]. *Curr Opin Biotechnol*, 2007, 18(1): 26-30.
- [4] GOU M, ZHENG X, MEN K, et al. Self-assembled hydrophobic honokiol loaded MPEG-PCL diblock copolymer micelles [J]. *Pharm Res*, 2009, 26(9): 2164-2173.
- [5] HYUN H, KIM Y H, SONG I B, et al. *In vitro* and *in vivo* release of albumin using a biodegradable MPEG-PCL diblock copolymer as an *in situ* gel-forming carrier [J]. *Biomacromolecules*, 2007, 8(4): 1093-1100.
- [6] LI X, ZHANG Z, LI J, et al. Diclofenac/biodegradable polymer micelles for ocular applications [J]. *Nanoscale*, 2012, 4(15): 4667-4673.
- [7] MOON S K, KWANG S S, GILSON K, et al. Ring-opening polymerization of ϵ -aprolactone by poly (ethylene glycol) by an activated monomer mechanism [J]. *Macromol Rapid Commun*, 2005, 26(8): 643-648.
- [8] SOSNIK A, COHN D. Poly (ethylene glycol)-poly (epsilon-caprolactone) block oligomers as injectable materials [J]. *Polymer*, 2003, 44(23): 7033-7042.
- [9] LIU Y, NGUYEN J, STEELE T, et al. A new synthesis method and degradation of hyper-branched polyethylenimine grafted polycaprolactone block mono-methoxyl poly (ethylene glycol) copolymers (hy-PEI-g-PCL-b-mPEG) as potential DNA delivery vectors [J]. *Polymer*, 2009, 50(16): 3895-3904.
- [10] KANG Y M, LEE S H, LEE J Y, et al. A biodegradable, injectable, gel system based on MPEG-b-(PCL-ran-PLLA) diblock copolymers with an adjustable therapeutic window [J]. *Biomaterials*, 2010, 31(9): 2453-2460.
- [11] TANAKA K, KANAZAWA T, SHIBATA Y, et al. Development of cell-penetrating peptide-modified MPEG-PCL diblock copolymeric nanoparticles for systemic gene delivery [J]. *Int J Pharm*, 2010, 396(1/2): 229-238.
- [12] HYUN H, KIM M S, JEONG S C, et al. Preparation of diblock copolymers consisting of methoxy poly (ethylene glycol) and poly (ϵ -aprolactone)/poly (*L*-lactide) and their degradation property [J]. *Polymer Eng Sci*, 2006, 46(9): 1242-1249.

收稿日期: 2013-12-13

HPLC 同时测定芍苓消银片中芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸的含量

冯丽敏, 赵瑞芝*, 卢传坚(广州中医药大学第二临床医学院, 广州 510006)

摘要: 目的 建立同时测定芍苓消银片中芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸含量的 HPLC。方法 采用 Diamonsil C₁₈(250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相为乙腈(A)-0.1%甲酸(B)系统, 梯度洗脱; 多种波长下同时检测。结果 芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸的保留时间依次为 44.2, 57.5, 28.6, 72.3, 90.6 min, 回归方程依次为: $y=33\ 605\ 228x-124\ 483$, $r=0.999\ 9$, 线性范围为 3.25~60.5 μg·mL⁻¹; $y=101\ 354\ 460x-100\ 4$, $r=0.999\ 9$, 线性范围为 6.5~130 μg·mL⁻¹; $y=119\ 599\ 014x+22\ 521$, $r=1.000\ 0$, 线性范围为 0.98~19.6 μg·mL⁻¹; $y=104\ 333\ 261x-365\ 9$, $r=0.999\ 9$, 线性范围为 0.75~15 μg·mL⁻¹; $y=24\ 700\ 178x+7\ 185$, $r=0.999\ 9$, 线性范围为 8~160 μg·mL⁻¹。平均加样回收率依次为 98.7%, 100.4%, 99.6%, 102.1%, 102.3%, RSD 依次为 2.17%, 0.74%, 2.64%, 1.39%, 1.93%。结论 本方法操作较为简便, 测定结果准确可靠, 重复性好, 能排除其他成分的干扰, 可用于该制剂的质量控制。

关键词: 芍苓消银片; 芍药苷; 落新妇苷; 绿原酸; 迷迭香酸; 甘草酸

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2014)09-1097-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2014.09.016

Simultaneous Determination of Peoniflorin, Astilbin, Chlorogenic Acid, Rosmarinic Acid and Glycyrrhizic Acid in Shaoling Xiaoyin Tablets by HPLC

FENG Limin, ZHAO Ruizhi*, LU Chuanjian(*The Second Affiliated Clinical College, Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510006, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC analytical method for the determination of peoniflorin, astilbin, chlorogenic acid, rosmarinic acid and glycyrrhizic acid in Shaoling Xiaoyin tablets simultaneously. **METHODS** The

基金项目: 广东省自然科学基金研究团队项目(S2013030011515); 广东省科技厅-广东省中医药科学院联合专项项目(2011B032200009); 广东省中医院中医药科学技术项目(YK2013B1N11)

作者简介: 冯丽敏, 女, 博士生 Tel: (020)39318571 E-mail: fenglm12@126.com *通信作者: 赵瑞芝, 女, 博士, 研究员, 博导 Tel: (020)39318571 E-mail: 13610241754@163.com

chromatographic condition included column Diamonsil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm), acetonitrile(A)-0.1% formic acid(B) as the mobile phase, gradient elution, the column temperature 36 °C and detected various wavelengths simultaneously. **RESULTS** The retention time of peoniflorin, astilbin, chlorogenic acid, rosmarinic acid and glycyrrhizic acid were about 44.2, 57.5, 28.6, 72.3 and 90.6 min, respectively. The regress equation for peoniflorin was $y=33\ 605\ 228x-124\ 483$, $r=0.999\ 9$ and the linear range was 3.25–60.5 μg·mL⁻¹; astilbin was $y=101\ 354\ 460x-100\ 4$, $r=0.999\ 9$, the linear range was 6.5–130 μg·mL⁻¹. Chlorogenic acid was $y=119\ 599\ 014x+22\ 521$, $r=1.000\ 0$, the linear range was 0.98–19.6 μg·mL⁻¹. Rosmarinic acid was $y=104\ 333\ 261x-365\ 9$, $r=0.999\ 9$, the linear was 0.75–15.0 μg·mL⁻¹. Glycyrrhizic acid was $y=24\ 700\ 178x+7\ 185$, $r=0.999\ 9$, the linear was 8–160 μg·mL⁻¹. The average recovery of peoniflorin, astilbin, chlorogenic acid, rosmarinic acid and glycyrrhizic acid was 98.7%, 100.4%, 99.6%, 102.1%, 102.3% and RSD was 2.17%, 0.74%, 2.64%, 1.39%, 1.93%, respectively. **CONCLUSION** The method is specific, accurate, reproducible, and can exclude interference from other ingredients, so it can be used for quality control. **KEY WORDS:** Shaoling Xiaoyin tablet; peoniflorin; astilbin; chlorogenic acid; rosmarinic acid; glycyrrhizic acid

芍药消银片为广州中医药大学正在开发的治疗银屑病的经验方,主要由赤芍、土茯苓、甘草等药材组成。大量文献表明,赤芍中的芍药苷,土茯苓中的落新妇苷、肿节风中绿原酸、迷迭香酸、以及甘草中的甘草酸均具有抗炎和免疫调节等药理作用^[1-5]。抗炎、免疫调节与银屑病的治疗息息相关,为临床治疗银屑病的主要参考指标。本实验采用高效液相色谱法同时测定芍药消银片中芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸 5 种成分含量,对该制剂进行了体外分析方法的探究,为其中间产品质量控制、提取工艺筛选以及后期质量标准的研究奠定基础。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱系统,配 600 型泵、717 型自动进样器、2998 型检测器和 Empower 色谱管理软件(美国 Waters 公司);BS224S 型电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司);Milli-Q System 超纯水制备器(美国 Millipore)。

甘草酸二钾对照品、芍药苷对照品、绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号分别为 100551-200401, 110736-200934, 110753-200413, 纯度≥98%);落新妇苷对照品、迷迭香酸对照品(上海源叶生物科技有限公司,批号分别为 100318, 100526, 纯度:98.5%)。乙腈、甲醇、甲酸为色谱纯,其他试剂均为分析纯。芍药消银片(本实验室自制,批号分别为 20100525, 20100624, 20100606, 规格:0.7 g·片⁻¹)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相: A 为乙腈, B 为 0.1% 的甲酸,梯度洗脱: 0 min、5%A, 5~12 min、10%A, 14~25 min、15%A, 30~53 min、20%A, 65 min、30%A, 75 min、40%A, 80~90 min、45%A, 96 min、60%A;流速

除 30~53 min 为 0.5 mL·min⁻¹ 外,其他时间均为 0.7 mL·min⁻¹;柱温为 36 °C;检测波长分别为:芍药苷 230 nm、落新妇苷 289 nm、绿原酸 326 nm、迷迭香酸 330 nm、甘草酸 250 nm;进样量: 20 μL。在此色谱条件下,5 种成分的色谱峰与相邻峰分离度均>1.5。

2.2 溶液制备

2.2.1 混合对照品溶液的制备 分别取适量芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸二钾对照品,精密称定,分别置于 5 个 20 mL 量瓶中,用甲醇定容至刻度,得浓度分别为 0.21, 1.30, 0.14, 0.25 和 1.60 mg·mL⁻¹ 的对照品储备液。分别精密量取 5 种对照品储备液 1, 2, 2.8, 1.2 和 2 mL, 置同一 20 mL 量瓶中;用甲醇定容至刻度,摇匀并过 0.22 μm 的微孔滤膜,即得芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸二钾浓度依次为 60.5, 130, 19.6, 15, 160 μg·mL⁻¹ 的混合对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 将适量芍药消银片研碎,取约 0.1 g,精密称定,置 10 mL 量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,10 000 r·min⁻¹ 离心 10 min,过 0.22 μm 的微孔滤膜,作为供试品溶液。

2.2.3 阴性样品溶液的制备 按照芍药消银片的处方和制备工艺,分别制备缺甘草、肿节风和赤芍等药材的芍药消银片,作为阴性样品;取阴性样品适量(约相当于芍药消银片 0.25 g),研碎,精密称定,按“2.2.2”项下方法制备,即得阴性样品溶液。

2.3 专属性试验

按“2.1”项下色谱条件,分别进样 20 μL 混合对照品溶液、供试品溶液和阴性样品溶液,色谱图见图 1。结果表明,供试品色谱图中,在与对照品色谱图相应的位置上,有相同的保留时间的色谱峰,而阴性样品色谱图上则没有相应的色谱峰;即阴性试验无干扰,说明此方法用于测定芍

芎消银片中的药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸含量, 具有较好的专属性。

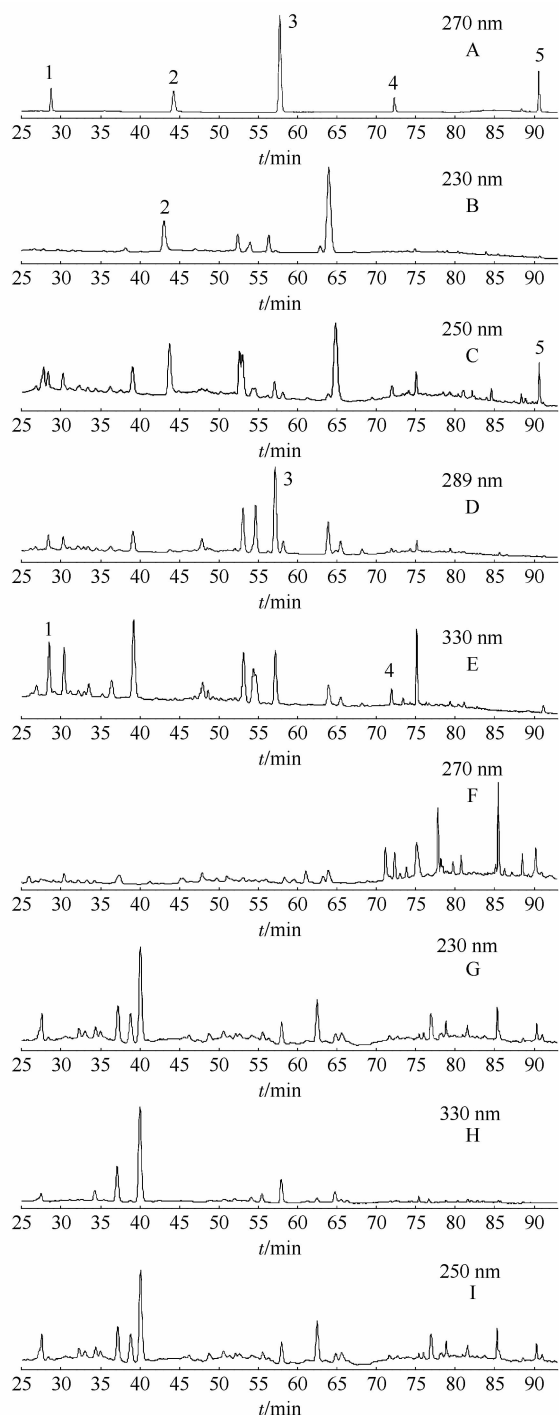


图1 对照品和芎消银样品色谱图

A-混合对照品; B-E-供试品; F-土茯苓阴性样品; G-芍药苷阴性样品; H-肿节风阴性; I-甘草阴性; 1-绿原酸; 2-芍药苷; 3-落新妇苷; 4-迷迭香酸; 5-甘草酸。

Fig. 1 HPLC of references and Shaoling Xiaoyin sample
A-control; B-E-sample; F-sample without *Smilacis Glabrae Rhizoma*; G-sample without *Paeoniae Rubra Radix*; H-sample without *Glabrous Sarcandra Herb*; I-sample without *Glycyrrhizae Radix*; 1-chlorogenic acid; 2-peoniflorin; 3-astilbin; 4-rosmarinic acid; 5-glycyrrhizic acid.

2.4 线性关系的考察

分别取混合对照品溶液 0.5, 1.25, 2.5, 5.0, 10.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 摇匀, 过 0.22 μm 微孔滤膜, 制成系列对照品溶液。其中, 芍药苷浓度为 3.025, 7.562 5, 15.125, 30.25, 60.5 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, 落新妇苷浓度为 6.5, 16.25, 32.5, 65.0, 130 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, 绿原酸浓度为 0.98, 2.45, 4.9, 9.8, 19.6 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, 迷迭香酸浓度为 0.75, 1.875, 3.75, 7.5, 15 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, 甘草酸二钾的浓度为 8, 20, 40, 80, 160 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。各进样 20 μL , 在“2.1”项色谱条件下进行分析; 记录色谱图。以进样浓度(x , $\mu\text{g}\cdot\mu\text{L}^{-1}$)对峰面积(y)进行线性回归, 得回归方程依次为: $y=33\ 605\ 228x-124\ 483$, $r=0.999\ 9$, 线性范围为 3.25~60.5 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$; $y=101\ 354\ 460x-100\ 4$, $r=0.999\ 9$, 线性范围为 6.5~130 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$; $y=119\ 599\ 014x+22\ 521$, $r=1.000\ 0$, 线性范围为 0.98~19.6 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$; $y=104\ 333\ 261x-365\ 9$, $r=0.999\ 9$, 线性范围为 0.75~15 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$; $y=24\ 700\ 178x+7\ 185$, $r=0.999\ 9$, 线性范围为 8~160 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

2.5 仪器精密度试验

取混合对照品溶液 10 μL 进样, 按“2.1”项下色谱条件, 重复进样 6 次, 芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸色谱峰面积测量值的 RSD 分别为 1.14%, 0.53%, 0.69%, 1.97% 和 0.82%。

2.6 重复性试验

取同一批芎消银片, 研细, 精密称定, 按“2.2.2”项下方法制备, 平行操作 6 份; 各进样 20 μL , 按“2.1”项下色谱条件分析, 计算芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸含量的 RSD 依次为 1.44%, 1.54%, 2.04%, 1.29% 和 2.12%。

2.7 稳定性试验

取同一供试品溶液, 分别在 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 进样 20 μL , 按“2.1”项下色谱条件分析, 测定芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸色谱峰面积, 结果表明, 供试品溶液在 24 h 内保持稳定, RSD 依次为 0.65%, 0.77%, 1.91%, 1.75% 和 1.33%。

2.8 回收率试验

称取已知含量的芎消银片粉末约 0.1 g 多份, 精密称定, 按低、中、高浓度分别精密加入适量的混合对照品溶液, 按“2.2.2”项下方法制备低、中、高浓度的供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件分析, 结果见表 1。

表 1 回收率试验结果(n=5)

Tab. 1 Results of recovery tests(n=5)

成分	称样量/g	样品含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
芍药苷	0.100 1	0.189 6	0.094 6	0.262 7	97.6	98.7	2.17
	0.100 5	0.190 3	0.094 6	0.285 5	100.1		
	0.100 7	0.190 7	0.189 2	0.348 7	96.9		
	0.100 1	0.189 6	0.189 2	0.348 6	97.0		
	0.100 2	0.189 7	0.283 8	0.492 9	101.8		
落新妇苷	0.100 7	0.231 6	0.120 0	0.352 1	100.2	100.4	0.74
	0.100 1	0.230 2	0.120 0	0.351 1	100.2		
	0.100 7	0.231 6	0.240 0	0.469 6	99.6		
	0.100 3	0.230 7	0.360 0	0.600 1	101.6		
	0.100 1	0.230 2	0.360 0	0.593 3	100.5		
绿原酸	0.100 1	0.038 6	0.016 0	0.053 5	98.0	99.6	2.64
	0.100 7	0.038 8	0.032 0	0.071 8	101.4		
	0.100 1	0.038 6	0.032 0	0.071 4	101.2		
	0.100 4	0.038 7	0.032 0	0.071 9	101.6		
	0.100 2	0.038 6	0.048 0	0.082 9	95.7		
迷迭香酸	0.100 5	0.015 3	0.007 5	0.023 6	103.6	102.1	1.39
	0.100 7	0.015 3	0.015 0	0.031 3	103.3		
	0.100 1	0.015 2	0.015 0	0.030 7	101.6		
	0.100 4	0.015 3	0.015 0	0.030 9	102.1		
	0.100 2	0.015 3	0.022 5	0.037 8	100.1		
甘草酸	0.100 7	0.134 0	0.070 0	0.207 7	101.8	102.3	1.93
	0.100 7	0.134 0	0.140 0	0.286 0	104.4		
	0.100 1	0.133 2	0.140 0	0.271 5	99.4		
	0.100 4	0.133 4	0.140 0	0.284 0	103.8		
	0.100 1	0.133 2	0.210 0	0.349 6	101.9		

2.9 样品测定

取本品约 0.1 g，按“2.2.2”项下方法制备成供试品溶液，按“2.1”项下色谱条件分析，平行测定 6 份样品；按标准曲线法计算样品中芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸的平均含量，结果见表 2。

表 2 不同批次样品含量测定结果(n=6)

Tab. 2 Determination results of the five components Shaoling Xiaoyin tablets(n=6)

批号	样品含量/%				
	芍药苷	落新妇苷	绿原酸	迷迭香酸	甘草酸
20100525	1.86	2.47	0.34	0.12	1.28
20100624	1.93	2.38	0.36	0.10	1.27
20100606	1.90	2.40	0.35	0.11	1.29

3 讨论

3.1 指标成分的选择

银屑病是一种基因遗传决定的、多环境因素刺激诱导的免疫异常性慢性增生性皮肤病。现代医学认为本病可能与遗传、感染、免疫功能失调、机体代谢、体内微量元素的增减以及精神因素等有关^[6-7]。芍药消银片为全国名老中医、著名皮肤病专家禚国维教授治疗银屑病的经验方经优化而

成，前期研究证实可从多个环节调节免疫，改善症状。参考处方中有关药材的现代药理研究，选择药理作用与治疗相关的成分作为分析的指标，建立分析方法，为其质量控制奠定了基础。

3.2 波长的选择

一般而言，采用紫外分光光度法测定含量时应选择化合物的最大吸收波长作为检测波长，但当同时检测多个最大吸收波长不同的成分时，文献中常选择可同时兼顾到所有测定成分的某一单一波长进行检测。芍药消银片处方中成分种类复杂，需同时测定多个成分，且其紫外吸收均不同；本实验利用 Waters 2998 photodiode Array Detector 可进行多波长同时测定，即：为了使各成分的检测灵敏度尽可能高，分别选择在各对照品相应的最大吸收波长处进行检测。参考相关文献^[8-11]，采用紫外检测器，在 210~400 nm 波长下分别对芍药苷、落新妇苷、绿原酸、迷迭香酸和甘草酸的对照品溶液进行扫描。结果显示芍药苷在 230 nm 左右有最大吸收，落新妇苷在 289 nm 左右有最大吸收，绿原酸在 326 nm 左右有最大吸收，迷迭香酸在 330 nm 左右有最大吸收，甘草酸则在 250 nm 左右有最大吸收。

3.3 流动相的选择

分别比较了甲醇-水、甲醇-0.1%冰醋酸、甲醇-0.5%冰醋酸、乙腈-0.1%冰醋酸、乙腈-0.3%冰醋酸、乙腈-0.5%冰醋酸、乙腈-1%冰醋酸、乙腈-2.5%冰醋酸、乙腈-0.01%甲酸、乙腈-0.1%甲酸、乙腈-0.2%甲酸为流动相, 以及各溶液不同配比, 结果表明乙腈-0.1%甲酸可将各待测成分良好分离, 且峰形对称性好, 故选择乙腈-0.1%甲酸为流动相。

本研究建立的分析方法简单、方便, 可同时测定多种成分的含量, 在提高分析效率的同时可有效节约分析的成本, 为该产品的质量控制在奠定了基础。

REFERENCES

- [1] ZHEN S C, LI X Y, OU Y B, et al. Research development on pharmacological of paeoniflorin [J]. Chin J Pharmacovigil(中国药物警戒), 2012, 9(2): 100-103.
- [2] YI H W, LU X M, FENG F, et al. Astilbin inhibits the adhesion of T lymphocytes via decreasing TNF- α and its associated MMP-9 activity and CD 44 expression [J]. Int Immunopharmacol, 2008, 8(10): 1467-1474.
- [3] ZHAO J J, DAI X M, QU Y S, et al. Progress in the pharmacodynamics of chlorogenic acid [J]. Chin Wild Plant Resour(中国野生植物资源), 2013, 32(4): 1-5.
- [4] LEE J, JUNG E, KOH J, et al. Effect of rosmarinic acid on atopic dermatitis [J]. J Dermatol, 2008, 35(12): 768-771.
- [5] SHI X Y. Progress in the research of pharmacological mechanism of glycyrrhizic [J]. China Foreign Med Treat(中外医疗), 2010(16): 125.
- [6] ONUMAH N, KIRCIK L H. Psoriasis and its comorbidities [J]. J Drugs Dermatol, 2012, 11(Suppl 5): 5-10.
- [7] MAK R K H, HUNDHAUSEN C, NESTLE F O. Progress in understanding the immunopathogenesis of psoriasis [J]. Actas Dermosifiliogr, 2009, 100(Suppl 2): 2-13.
- [8] WANG Z J, WO S K, WANG L, et al. Simultaneous quantification of active components in the herbs and products of Si-Wu-Tang by high performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. J Pharm Bio Anal, 2009, 50(2): 232-244.
- [9] CHEN L, YIN Y, YI H, et al. Simultaneous quantification of five major bioactive flavonoids in Rhizoma Smilacis Glabrae by high performance liquid chromatography [J]. J Pharm Biomed Anal, 2007, 43(5): 1715-1720.
- [10] LI X, YU C, CAI Y, et al. Simultaneous determination of six phenolic constituents of danshen in human serum using liquid chromatography/tandem mass spectrometry [J]. J Chromatogr B, 2005, 820(1): 41-47.
- [11] WANG P. Survey of paeoniflorin transdermal absorption *in vitro* in Jingtong-Shu patch [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2014, 31(1): 66-69.

收稿日期: 2014-01-04

β -环糊精手性流动相添加剂法测定爱维莫潘中的异构体

游隽¹, 蔡盛², 吴淑萍² (1.浙江省肿瘤医院, 杭州 310022; 2.杭州新博思生物医药有限公司, 杭州 310030)

摘要: 目的 建立爱维莫潘的高效液相手性拆分分析法。方法 选用 C₁₈ 柱(4.6 mm×250 mm, 5 μ m), 流动相为水溶液(含 0.5%冰醋酸, 0.5%三乙胺, 1% β -环糊精)-甲醇(80:20), 柱温为 40 $^{\circ}$ C, 检测波长为 275 nm。结果 爱维莫潘和它的 3 个异构体都达到良好分离, 分离度符合要求。结论 本方法具有专属性强, 灵敏度高, 重复性良好, 耐用性好, 简便快捷, 使用成本低廉等优点。

关键词: β -环糊精; 手性流动相添加剂; 异构体分离; 爱维莫潘

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2014)09-1101-04

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2014.09.017

Separation of Alvimopan and Its Enantiomers by HPLC Using β -cyclodextrin as Chiral Mobile Phase Additive

YOU Jun¹, CAI Sheng², WU Shuping² (1.Zhejiang Cancer Hospital, Hangzhou 310022, China; 2.Hangzhou SIMBOS Pharm Co., Ltd., HangZhou 310030, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To separate the enantiomers of alvimopan by HPLC which was developed using chiral mobile phase. **METHODS** Separation was performed on a C₁₈ column(4.6 mm×250 mm, 5 μ m). The mobile phase was methanol-water(concentration of 0.5% glacial acetic acid, 0.5% triethylamine and 1% β -cyclodextrin)(20:80). The detection wavelength was set at 275 nm and the temperature was 40 $^{\circ}$ C. **RESULTS** With this method, alvimopan and its enantiomers were well

作者简介: 游隽, 女, 药剂师 Tel: (0571)88122120 E-mail: 191571228@qq.com