

度要求和减少杂质干扰,选用 360 nm 作为本品槲皮素含量测定的检测波长,结果供试液中槲皮素与其他组分色谱峰得到较好的分离,且空白试验无干扰,溶剂无干扰。本实验所用方法和色谱条件可作为热淋清胶囊质量控制的含量测定方法。

3.3 含量测定的计算方法 通过对线性关系的考察,得到线性回归方程,经拟合得一过原点的原点方程:  $Y = 0.000223X$ ,用任一测得值分别代入两方程,求两方程结果的相对偏差小于 2%,可认为回归方程截距近似为零,故可采用外标一点法计算含量。

参考文献:

[1] 卫生部药典委员会. 卫生部药品标准中药成方制剂[S]. 第 12 册. 1997: 151

[2] 茅向军,许乾丽,林瑞超,等. 薄层扫描法测定热淋清胶囊及热淋清颗粒中没食子酸的含量[J]. 药物分析杂志. 2001, 21(5): 364-365.  
[3] 茅向军,许乾丽,熊慧林,等. 高效液相色谱法测定热淋清胶囊中没食子酸的含量[J]. 中国中药杂志. 2002, 27(8): 589-591  
[4] 茅向军,鲁静,林瑞超. 高效毛细管电泳法测定 2 种热淋清制剂中没食子酸的含量[J]. 药物分析杂志. 2002, 22(1): 62-64  
[5] 李勇军,骆宏丰,王永林,等. 头花蓼黄酮类化学成分的研究[J]. 中国药理学杂志, 2000年, 35(5): 300-302  
[6] 孙文基,绳金房主编. 天然活性成分简明手册[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1998: 第一版, 476

## HPLC 测定消炎片中咖啡酸的含量

邓君丽<sup>1</sup>, 王兆霞<sup>2</sup>

(1 山东省烟台市药品检验所, 山东 烟台 264000 2 山东省烟台市中医院, 山东 烟台 264000)

关键词: 消炎片; HPLC; 咖啡酸

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 1001-1528(2007)04-0615-02

消炎片是由蒲公英、紫花地丁、野菊花、黄芩 4 味中药制成, 收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第四册<sup>[1]</sup>, 具有抗菌消炎的功效。用于呼吸道感染, 发热, 肺炎, 支气管炎, 咳嗽有痰, 疖肿等。原标准只有显微鉴别及理化鉴别项, 尚无含量测定项目, 故不能有效地控制药品的内在质量, 本实验对其质量标准进行了研究, 建立了制剂中蒲公英的咖啡酸的高效液相色谱含量测定方法, 为该成药的质量控制提供了科学依据。

### 1 仪器与试剂

德国塞多利斯 BP211D 电子分析天平; 上海 SB3200 超声提取器; 日本岛津 LC-2010A 高效液相色谱仪, CLASS-VP 色谱数据处理工作站; 薄层板自制。

咖啡酸对照品购自中国药品生物制品检定所, 阴性样品委托烟台市中医院制剂室加工。甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其余试剂为分析纯, 消炎片为市售品。

### 2 含量测定

#### 2.1 色谱条件

色谱柱: Hypersil BDS C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钠 1.56 g 加水使溶解成 1 000 mL, 再加 1% 磷酸溶液调节 pH 值至 3.8~4.0 即得) (23: 77); 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 40 ℃; 检测波长: 323

nm; 进样量: 10 μL。在此条件下, 理论板数高于 3 000 对照品、样品、阴性对照色谱图见图 1~3。

#### 2.2 对照品溶液的制备

精密称取在 110 ℃干燥至恒重咖啡酸对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 0.3 mg 的溶液, 即得。

#### 2.3 供试品溶液的制备

取样品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取 2 g 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 40 mL, 密塞, 称定重量, 加热回流 30 min, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 10 mL 使溶解, 滤过, 滤液用醋酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 10 mL, 合并醋酸乙酯液, 水浴蒸干, 残渣加甲醇定容至 10 mL 瓶中, 摇匀, 滤过, 即得。

#### 2.4 线性关系考察

精密称取适量对照品, 加甲醇制成不同浓度的对照品溶液, 按本试验所规定的方法试验, 以对照品的进样量 X (μg) 对峰面积 Y 作线性回归, 方程为  $Y = 4.81 \times 10^6 X - 3.18 \times 10^4$ ,  $r = 0.9998$  结果表明, 对照品进样量在 0.432~1.728 μg 内与峰面积呈良好线性关系。

#### 2.5 干扰性试验

按处方比例制成不含蒲公英的阴性样品液, 并依样品分析方法处理并测定, 结果不干扰咖啡酸的含量测定。见图 1

收稿日期: 2006-02-08

作者简介: 邓君丽 (1957~) 女, 副主任药师, 从事中药检验与研究, 电话: 0535-6243276

~ 3

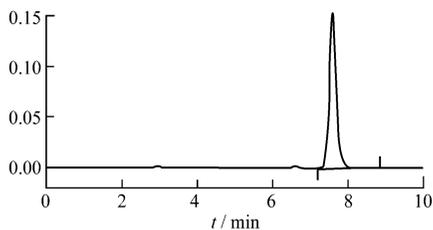


图 1 对照品 HPLC 色谱图

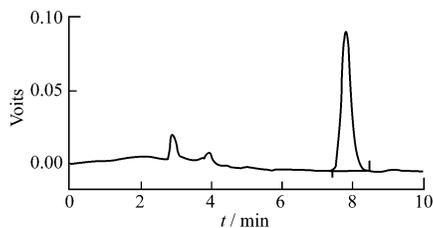


图 2 样品 HPLC 色谱图

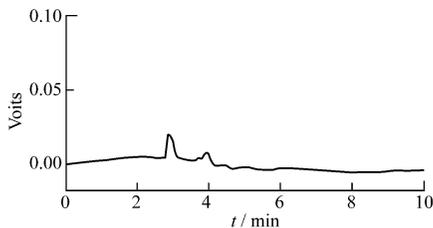


图 3 阴性对照 HPLC 色谱图

### 2.6 精密度试验

取对照品溶液, 重复进样 5 次, 测得峰面积 RSD 为 1.0%, 精密度良好。

### 2.7 稳定性试验

取同一供试品溶液, 分别于制备后 0、2、4、6、8、12 h 依上述色谱条件测定, 结果 RSD 为 1.2%, 说明供试品溶液在 12 h 内稳定。

### 2.8 重复性试验

取同一批号样品 5 份, 照“2.3”项下的方法制得所需溶液, 按上述色谱条件测定, 峰面积的 RSD 为 1.4%。

2.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品研匀之粉末适量, 精密称定 6 份 (每份约 2 g), 分别精密加入一定量的对照品溶液, 按供试品溶液制备方法处理, 并测定 5 次。结果见表 1。

### 2.10 样品的测定

分别吸取咖啡酸对照品溶液及供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件对 3 批样品进行测定, 结果见表 2。

## 3 讨论

消炎片为一复方制剂, 选用 HPLC 对其进行定量分析。蒲公英是方中主药, 咖啡酸是蒲公英的活性成分之一, 故含量测定中, 选用蒲公英的咖啡酸作为该药的定量成分, 经反复试验, 蒲公英中的咖啡酸在上述色谱条件下能达到基线分离, 且无杂质峰干扰, 经方法学研究结果表明, 本方法简便、准确、重复性好, 可作为消炎片质量控制方法。

表 1 加样回收率试验结果 (n = 5)

样品中含咖啡酸的量 /mg	加入咖啡酸对照品量 /mg	测得咖啡酸的总量 /mg	回收率 %	平均回收率 %	RSD %
0.596 0	0.476 8	1.061 5	97.63	99.46	0.9
0.589 7	0.476 8	1.067 9	100.29		
0.579 2	0.622 5	1.198 6	99.50		
0.589 1	0.622 5	1.209 9	99.73		
0.587 9	0.854 1	1.442 1	100.01		
0.578 6	0.854 1	1.429 6	99.64		

表 2 样品含量测定结果

批号	20050601	20050604	20050609
含量 /mg/片	0.149	0.146	0.147

### 参考文献:

[1] 中华人民共和国卫生部药品标准, 中药成方制剂 (第 4 册) [S]. 1991: 152

## 薄层扫描法测定新生化颗粒中盐酸水苏碱的含量

王新立, 王敏春, 谢志民, 张越华  
(陕西省西安市药品检验所, 陕西 西安 710054)

关键词: 新生化颗粒; 盐酸水苏碱; 含量测定; 薄层扫描法

收稿日期: 2006-01-20

作者简介: 王新立 (1969~), 男, 硕士, 主管药师, 主要从事药品检验及质量标准研究工作, 电话: 029-85534542。