

Tab 2 The pharmacokinetic parameters of 20 volunteers after single oral administration of 200mg cefpodoxime proxetil tablets($\bar{x} \pm s$)

制剂	T_{max} (h)	C_{max} ($mg \cdot L^{-1}$)	$t_{1/2}$ (h^{-1})	l_z (h^{-1})	$AUC_{0-\infty}$ ($mg \cdot L^{-1}$)	$F(\%)$ ($AUC_{0-\infty}$)
T	2.53±0.62	2.26±0.59	2.40±0.49	0.299±0.053	12.727±3.215	100.87±22.63
R	2.30±0.57	2.36±0.47	2.11±0.34	0.335±0.047	12.787±2.875	

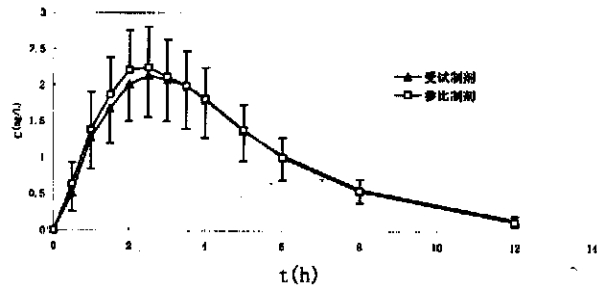


图2 20名健康志愿者口服两种头孢泊肟酯片剂200mg后头孢泊肟的药时曲线

Fig 2 Mean drug plasma concentration time curve of cefpodoxime in 20 healthy volunteers after oral administration of 200 mg cefpodoxime proxetil tablets(test and reference)

3 讨论

头孢泊肟在酸性溶液中(pH 4.0)较稳定。
本实验采用 ODS C₁₈ 色谱柱, 乙腈和高氯酸溶液作为流动相。实验中我们发现, 高氯酸溶液浓度对头孢泊肟的峰形有显著影响, 应用 1.50 mmol·L⁻¹ 的高氯酸溶液作为流动相可得到最佳峰形。有机相采用乙腈与甲醇相比头孢泊肟易与血浆中内源性杂质分离、有机相用量比例低、出峰快, 且柱

压较低。
本实验建立的 RP-HPLC 紫外检测测定血浆中头孢泊肟方法与文献报道的测定方法^[2,3] 相比, 具样品用量少、灵敏度高、准确性和精密度好, 操作简单等特点, 可满足头孢泊肟酯药代动力学和生物利用度的研究。

参考文献

[1] Frampton JE, Brogden RN, Langtry HD, *et al.* Cefpodoxime proxetil: a review of its antibacterial activity, pharmacokinetic properties and therapeutic potential[J]. *Drugs*, 1992, 44(4): 889.
[2] Borin MT, Hughes GS, Patel RK, *et al.* Pharmacokinetic and tolerance studies of cefpodoxime after single and multiple dose oral administration of cefpodoxime proxetil[J]. *J Clin Pharmacol*, 1991, 31(4): 1137.
[3] Steenwyk RC, Brewer JE, Royer ME, *et al.* Reversed phase liquid chromatographic determination of cefpodoxime in human plasma[J]. *J Liq Chromatogr*, 1991, 14(20): 3641.

收稿日期: 2002-06-19

高效液相色谱法测定妇洁灌肠液中咖啡酸的含量

晏媛, 谭亚非, 郭丹, 陈志良 (第一军医大学南方医院药学部, 广东 广州 510515)

摘要: 目的 测定妇洁灌肠液中咖啡酸的含量。方法 高效液相色谱法。Novar Pak C₁₈ 色谱柱, 三乙胺缓冲液-甲醇(60:40)为流动相, 检测波长为 280nm。结果 盐酸咖啡酸的含量在 1.6~8 μg/mL 浓度范围内线性关系良好 ($r = 0.9995$)。平均回收率 98.18% ($n = 5$, $RSD = 0.77\%$)。结论 本法操作简便、结果准确, 可用于该制剂的质量控制。

关键词: 妇洁灌肠液; 咖啡酸; 高效液相色谱法

中图分类号: R984; R927.2 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2004)01-0053-03

Determination of the content of caffeic acid in Fu jie enema by HPLC

YAN Yuan, TAN Ya-fei, GUO Dan, CHEN Zhi-liang (Pharmaceutical Department of Nanfang Hospital, the First Military Medical University, Guangzhou 510515, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine the content of caffeic acid in Fu jie enema. **METHOD** It was assayed by HPLC. The column was Novar Pak C₁₈, the mobile phase was the buffer solution of TEA-methanol(60:40). The UV detection wavelength was 280nm. **RESULTS** There was a good liner relationship within the concentration range of 1.6~8.0 μg/mL of caffeic acid ($r = 0.9995$). The average recovery was 98.18% ($n = 5$, $RSD = 0.77\%$). **CONCLUSION** Results obtained showed that it's a reliable and accurate method for the quality control of Fu jie enema.

KEY WORDS: Fu jie enema; caffeic acid; HPLC

妇洁灌肠液是由蒲公英、败酱草、苡米仁、红花等 7 味药材经适当加工制成的复方制剂,具清热解毒、活血化淤、消炎止痛的作用,临床上主要用于慢性盆腔炎、异位妊娠等症。蒲公英为常用清热解毒的中药,是处方中的君药,药理实验表明蒲公英具广谱抗菌作用,临床上用于各种急慢性感染,其主要成分咖啡酸具有广谱抗菌和抗病毒作用^[1]。为了有效控制产品质量,保证用药的安全和有效,我们对妇洁灌肠液中的有效成分咖啡酸的含量进行了测定。

1 仪器与试药

Waters 公司高效液相色谱仪,包括 515 型高压泵,996 型 PDA 检测器, Millennium32 色谱工作站;咖啡酸对照品(中国生物制品检定所提供,批号:885-200102);妇洁灌肠液(南方医院药学部 100mL/瓶);甲醇为色谱纯,乙醚,正丁醇,三乙胺,硫酸等均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

Novar Pak C₁₈ 分析柱(4.6mm × 250mm, 4μm),流动相:三乙胺(TEA)缓冲液(TEA0.5mL 加水稀释至 500mL,浓 H₂SO₄ 调节 pH 至 3.0)-甲醇(60:40),检测波长:280nm,流速 1mL/min;柱温:室温;AUF S 0.02,进样量 10μL。

2.2 咖啡酸对照品贮备液的配制

精密称取咖啡酸对照品 10mg,置 50mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 5mL,置于 25mL 量瓶中,甲醇稀释至刻度,摇匀,配成 40μg/mL 的对照品贮备液。按处方配比制备不含蒲公英的妇洁灌肠液的阴性样品。

2.3 线性关系考察

分别精密吸取对照品贮备液 1, 2, 3, 4, 5mL 置于 25mL

量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,按上述色谱条件,分别进样 10μL,以咖啡酸的浓度(μg/mL)为横坐标(X),主峰面积为纵坐标(Y)作图,回归方程为: $Y = 1\,877.04 + 21\,116.09X$, $r = 0.999\,5$, $n = 5$,咖啡酸在 1.6~8 μg/mL 浓度范围内线性关系良好。

2.4 仪器精密度试验

精密吸取对照品贮备液 2mL 置于 25mL 量瓶中,甲醇稀释至刻度,摇匀,按上述色谱条件,进样 10μL,重复 5 次,测主峰面积,结果 RSD 为 1.43%。

2.5 样品的测定

精密量取妇洁灌肠液 10mL 置分液漏斗中,用乙醚振荡提取 3 次,每次 15mL,弃去醚液,再用水饱和的正丁醇振荡提取 3 次,每次 15mL,合并正丁醇液,减压回收正丁醇至干,残渣用甲醇溶解并定容至 50mL,精密量取 5mL,置 25mL 量瓶中,甲醇稀释至刻度,摇匀,得到供试品溶液。精密量取妇洁灌肠液阴性样品适量,同法处理制备阴性溶液。另精密量取对照品贮备液 2mL,置备 25mL 量瓶中,甲醇稀释至刻度,得对照品溶液。按上述色谱条件,分别量取供试品溶液、阴性溶液和对照品溶液各 10μL 注入液相色谱仪,按外标法计算咖啡酸的含量,结果见表 1;上述色谱条件得色谱图,见图 1。

表 1 样品测定结果($n = 5$)

Tab 1 The results of sample determination($n = 5$)		
样品批号	咖啡酸(mg/ mL)	RSD (%)
020418	0.063	1.40
020402	0.069	1.85
020416	0.066	2.01

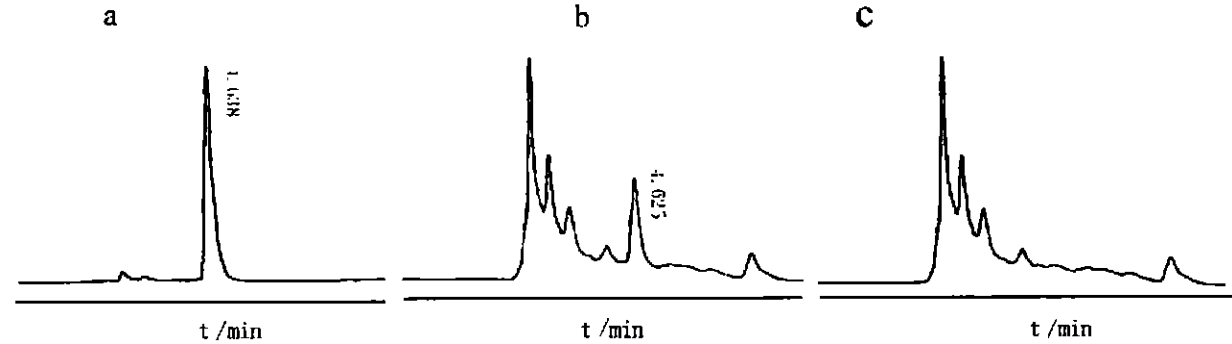


图 1 咖啡酸对照品 (a) 和样品 (b) 阴性样品 (c) 的色谱图; 1. 咖啡酸

Fig 1 HPLC chromatograms of berberine hydrochloride (a) and sample(b) and blank sample(c)

2.6 供试品溶液稳定性试验

精密吸取批号为 020418 的供试品溶液 10μL,在相同色谱条件下,于 0, 2, 4, 6, 8 和 24h 进样,测峰面积,结果咖啡酸含量的 RSD 为 2.28%。

2.7 重复性试验

在相同色谱条件下,分别精密吸取批号为 020418 的供试品溶液 10μL,平行测定 5 次,结果咖啡酸平均含量为 6.33mg/100mL, RSD 为 1.40%。

2.8 加样回收率试验

精密量取妇洁灌肠液的阴性样品 10mL,精密加入咖啡酸对照品适量,按“2.5”项下供试品溶液制备的方法提取,测定,分别计算回收率。结果见表 2。

表 2 加样回收率测定结果

Tab 2 The results of recovery test				
加入量 (mg/ 10mL)	测得量($n = 5$) (mg/ mL)	回收率 (%)	平均回收 (%)	RSD (%)
0.983	0.097 ± 0.028	98.34		
1.108	0.108 ± 0.019	97.29	97.79	0.75

加入量 (mg/ 10mL)	测得量(n= 5) (mg/ mL)	回收率 (%)	平均回收 (%)	RSD (%)
1. 091	0. 106±0. 023	96. 97		
1. 164	0. 115±0. 016	98. 79		
1. 155	0. 113±0. 016	97. 58		

3 讨论

3.1 妇洁灌肠液组方为我院妇产科与药学部合作研制的协定经验处方,蒲公英、败酱草二药为君药。蒲公英是常用清热解毒的中药,对应西医的药理作用就是广谱抗菌活性,其主要成分咖啡酸和绿原酸具有广谱抗菌作用。咖啡酸是绿原酸的水解产物^[2],制剂的制备工艺用水煎煮等使咖啡酸含量较药材大大提高,而绿原酸含量下降,所以本实验选择咖啡酸的含量作为妇洁灌肠液质量控制的参考依据。

3.2 因咖啡酸是有机酸,酸性可抑制其电离,故选用 pH 为

3.0 的 TEA 缓冲液 甲醇(60 :40)作流动相,使峰形稳定,分离度好。

3.3 中药复方制剂成分复杂,本实验先用乙醚提取 3 次,除去脂溶性成分,减少干扰,再用水饱和的正丁醇提取,此法的提取简便,收率高,结果可靠。

参考文献

[1] 季宇彬. 中药有效成分药理与应用[M]. 哈尔滨: 黑龙江科学技术出版社. 1995: 91.
[2] 何心, 石春伟, 芦松萍, 等. 高效液相色谱法测定双黄连粉针剂中绿原酸和咖啡酸的含量[J]. 药物分析杂志, 1997, 17 (6): 410.

收稿日期: 2002-07-22

排石饮液质量标准的研究

刘凯, 王清华, 冯 丹(黑龙江省药品检验所, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘要:目的 建立了排石饮液的质量标准。方法 采用 TLC 对方中的虎杖、白芍和 丹参进行鉴别;用高效液相色谱法测定芍药苷的含量。结果 在 TLC 色谱中均能检出虎杖、白芍和 丹参;芍药苷的含量限度不低于 0. 26mg/mL。结论 所建立的方法简便可行,重现性好,提供了排石饮液的质量控制方法。

关键词:排石饮液;芍药苷;HPLC;薄层鉴别

中图分类号: R975. 5; R927. 2 文献标识码: B 文章编号: 1007- 7693(2004) 01-0055- 02

Study on quality standards for Paishi YinYe

LIU Kai, WANG Qing-hua, FENG Dan(*Heilongjiang Institute for Drug Control, Haerbin150001, China*)

ABSTRACT:OBJECTIVE To establish the quality standards for Paishi YinYe. **METHOD** Rhizoma Polygoni Cuspidati, Radix Paeoniae Alba and Radix Salviae Miltiorrhizae in this prescription were identified by TLC. Paeoniflorin was determined by HPLC. **RESULTS** Rhizoma Polygoni Cuspidati, Radix Paeoniae Alba and Radix Salviae Miltiorrhizae could be detected by TLC. The content limit of Paeoniflorin wasn't lower than 0. 26mg/mL. **CONCLUSION** The established methods are simple, feasible and reproducible. This study provides a method for the quality control of Paishi YinYe.

KEY WORDS: Paishi YinYe; paeoniflorin; HPLC; TLC

排石饮液为临床经验方,系由金钱草、白芍、虎杖和茵陈等组成的中药复方制剂,具有清热利湿、理气化淤和利胆排石等作用,主要用于胆结石、泌尿系统结石和胆囊炎等症。分别应用薄层色谱法和高效液相色谱法对该成药进行了定性和定量,为其质量控制提供了依据。

1 仪器和试药

Waters 2487- 600 型高效液相色谱仪。虎杖、大 黄素、

丹参素钠和芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所)。排石饮液(黑龙江地王药业有限公司生产)。试剂及试药均为分析纯。

2 薄层鉴别

2.1 虎杖

取本品 20mL,加水 20mL,混匀,乙醚提取两次,每次 20mL,合并提取液,挥干,残渣加氯仿 1mL 使溶解,作为供

作者简介: 刘凯(1971~),男,哈尔滨市人,主管药师,黑龙江中医药大学方剂学博士研究生,从事药检监督及药物分析工作。E-mail: karllew@0451. com。电话: 0451- 3641630- 8209。