

表 3 样品测定结果 (n = 2)

Tab 3 Results of determination of samples (n = 2)

批号	20060801	20060802	20060803
含量 /mg·片 ⁻¹	3.27	3.21	3.18

3 讨论

3.1 薄层色谱条件的选择

方中厚朴经加水煎煮,厚朴酚、和厚朴酚含量较低,选择乙醚为提取溶剂使被测成分充分溶出并减少杂质干扰,曾尝试用环己烷-乙酸乙酯(3:1),石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯-甲酸(85:15:2)为展开剂,前者斑点不集中,后者Rf值较低,均未采用。

3.2 流动相的选择

参照文献^[2,4],曾尝试用甲醇-0.2 mol·L⁻¹醋酸铵溶液-冰醋酸(67:33:1),甲醇-水-36%醋酸(67:26:7)等溶剂系统作流动相,经比较,采用本实验所用流动相分离效果较好,且配制简单,保留时间适中。

3.3 提取溶剂的选择

取本品,分别以甲醇、乙醇(含0.1%磷酸)、70%甲醇(含0.1%磷酸)、40%甲醇(含0.1%磷酸)作为提取溶剂,依法测定,结果以甲醇(含0.1%磷酸)和以70%甲醇溶液(含0.1%磷酸)做提取溶剂结果相近,最后选定70%甲醇溶液(含0.1%磷酸)作为提取溶剂。

3.4 超声提取时间及溶剂用量的选择

取本品,以70%甲醇溶液(含0.1%磷酸)作为提取溶剂,分别超声提取10、20、30 min,测得每片含量分别为3.27、3.25、3.23 mg,结果相近,为保证提取完全,确定超声时间为20 min,溶剂用量分别考察了10、25、50 mL,结果25 mL以提取浓度适中,无需二次稀释,操作简单且节省溶剂而被选定。

3.5 耐用性实验

分别采用不同牌号的色谱柱:SHIMADZU VP-ODS(150 mm × 6.0 mm, 5 μm)、CAPCELL PAK C₁₈(150 mm × 4.6 mm, 5 μm)、Waters C₁₈(150 mm × 4.6 mm, 5 μm)进行测定,结果都能分离完全,表明该方法有良好的耐用性。

REFERENCES

- [1] Prescription preparations of Chinese medicinal (Vol X IV) of (Drug standards Issued by Ministry of public health) [S]. 1997: 107
- [2] ZHENG A L, GAI K, HE D W. Comparison of Quality of the wild and plant Glycyrrhiza Uralensis [J]. China Pharm (中国药师), 2005, 8(10): 819-821
- [3] Ch. P (2005) Vol I (中国药典 2005年版,一部) [S]. 2005: 59-60
- [4] Ch. P (2005) Vol II (中国药典 2005年版,一部) [S]. 2005: 519-520

收稿日期: 2007-06-19

HPLC测定千柏鼻炎片中麻黄碱的含量

钟保恒 (广西柳州食品药品检验所, 广西 柳州 545001)

摘要: 目的 建立千柏鼻炎片中盐酸麻黄碱的含量测定方法。方法 采用高效液相色谱法。结果 盐酸麻黄碱在 0.249~4.98 μg·mL⁻¹内呈良好线性关系, 平均回收率为 98.9%, RSD = 0.8%。结论 该方法简便、稳定、准确, 重复性好。

关键词: 千柏鼻炎片; 高效液相色谱法; 麻黄碱

中图分类号: R917.78 R917.101 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2008)05-0434-03

Determination of Ephedrine in Qianbai Biyan Tablets by HPLC

ZHONG Bao-heng (Guangxi Liuzhou Institute for Food and Drug Control, Liuzhou 545001, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC method for the determination of Ephedrine in Qianbai Biyan Tablets. **METHODS** The HPLC was conducted. **RESULTS** The Ephedrine Hydrochloride was a good linear relations in the range of 0.249 - 4.98 μg·mL⁻¹. The average recovery was 98.9% and the RSD was 0.8%. **CONCLUSION** The method is simple, reliable, accurate and reproducible.

KEY WORDS Qianbai Biyan tablets; HPLC; Ephedrine

作者简介: 钟保恒, 男, 主管中药师 Tel: (0772) 2825417 E-mail: zhongbaoheng@163.com

干柏鼻炎片收载于中国药典 2005 年版一部, 由千里光、卷柏、麻黄、羌活等 7 味中药制成的复方制剂, 具有清热解暑、活血祛风、宣肺通痰功效。原质量标准中仅有鉴别项目, 无含量测定项目, 为控制产品质量, 笔者选择文中麻黄的有效成分麻黄碱作为定量指标, 参考文献报道^[14], 采用高效液相色谱法对麻黄碱进行含量测定, 获得满意结果。

1 仪器与试剂

岛津 LC-2010A 高效液相色谱仪, LC-subtion 色谱工作站。盐酸麻黄碱对照品 (中国药品生物制品检定所, 071241-200404 供含量测定用), 干柏鼻炎片 (批号: 051113 051222 05122) 及阴性样品均为广西某药业股份有限公司提供, 甲醇为色谱纯, 其他试剂和溶剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验

CLC-ODS(150 mm × 6.0 mm, 5 μm) 色谱柱, 柱温 40 ℃, 甲醇-水 (43:57) 为流动相, 流速 1.0 mL · min⁻¹, 检测波长为 254 nm, 进样量 20 μL。理论板数按盐酸麻黄碱峰计算为 11 000, 拟订为理论板数不得低于 5 000。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取盐酸麻黄碱对照品 12.45 mg 置 100 mL 量瓶

中, 用水溶解并稀释至刻度, 摇匀作为对照品储备液, 精密量取 5 mL, 置 50 mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。精密量取 5 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加入高碘酸溶液 (0.025 g · mL⁻¹) 1 mL, 0.25 mol · L⁻¹ 氢氧化钠溶液 2.5 mL, 摇匀, 放置 30 min, 用 0.5 mol · L⁻¹ 盐酸溶液调节至中性, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得 (每 1 mL 含盐酸麻黄碱 2.5 μg)。

2.3 供试品溶液的制备

取本品 20 片, 除去包衣, 精密称定, 研细, 取 2 g 精密称定, 加 5 mol · L⁻¹ 氢氧化钠溶液 120 mL, 摇散, 加氯化钠 7.5 g 超声处理 10 min, 蒸馏, 用预先盛有 0.5 mol · L⁻¹ 盐酸溶液 5 mL 的 100 mL 量瓶收集蒸馏液近 95 mL, 加水至刻度, 摇匀。精密量取 10 mL 置 25 mL 量瓶中, 按“2.2”项下的方法, 自“加入高碘酸溶液”起, 依法操作, 即得。

2.4 阴性对照溶液的制备

取阴性样品, 同供试品方法处理, 得阴性对照溶液。

2.5 干扰试验

照上述色谱条件, 分别取对照品溶液, 供试品溶液, 阴性对照溶液, 注入色谱仪, 记录色谱图, 见图 1。从图中可见, 空白试验无干扰。

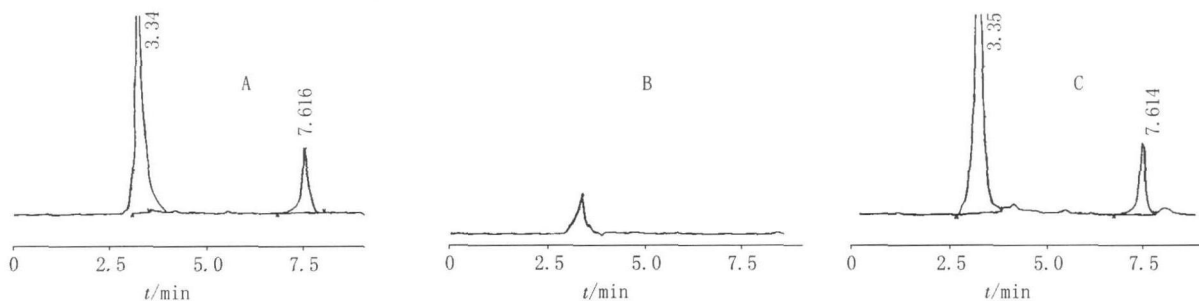


图 1 对照品、空白样品的及供试品 HPLC 色谱图

A-对照品; B-空白样品; C-供试品

Fig 1 HPLC chromatograms of reference substance and negative sample without Ephedrine and sample

A- reference substance B- negative sample without Ephedrine C- sample

2.6 线性关系考察

按“2.2”方法配制成浓度为 0.249, 1.245, 2.490, 3.735, 4.980 μg · mL⁻¹ 系列溶液, 分别进行 20 μL, 以峰面积与盐酸麻黄碱含量作图, 求得回归方程为: $Y = 7.19 \times 10^{-4} X + 1.78 \times 10^{-4}$, $r = 0.9999$, 表明盐酸麻黄碱在 0.249 ~ 4.980 μg · mL⁻¹ 内呈良好线性关系。

2.7 稳定性考察

取供试品溶液 (051113), 分别于 0, 2, 4, 8, 12 h 按上述色谱条件各测一次, 盐酸麻黄碱峰面积的平均值为 209 792, RSD 为 1.0% (n=5), 表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.8 重复进样精密度试验

取“2.2”项下对照品溶液, 重复进样 6 次, 以峰面积计算其 RSD 为 0.9%, 说明仪器性能良好。

2.9 重复性试验

取同一批样品 (051222) 5 份, 分别按供试品溶液制备方法制备, 按拟定的色谱条件进行测定, 结果, 盐酸麻黄碱含量

均值为: 0.12 mg · 片⁻¹。

2.10 回收率试验

采用加样回收方法测定。取已测定含量的样品 6 份, 每份 1 g 分别加入盐酸麻黄碱对照品相当于样品中已知含量的 80%, 100%, 120%, 按含量测定的方法进行回收率测定, 结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

Tab 1 Results of recovery test

编号	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.329 6	0.264 0	0.591 5	99.20		
2	0.332 1	0.264 0	0.596 4	100.11	98.9	0.8
3	0.335 7	0.330 8	0.662 1	98.67		
4	0.328 1	0.330 8	0.651 6	97.79		
5	0.337 5	0.405 6	0.737 2	98.55		
6	0.334 9	0.405 6	0.737 9	99.36		

2.11 样品含量测定

分别取不同批号的本品,按“2.2”、“2.3”方法制备对照品溶液和供试品溶液,依法测定,结果见表2。

表2 样品中盐酸麻黄碱含量测定结果 ($n=3$)

Tab 2 Determination results of the Ephedrine Hydrochloride in samples ($n=3$)

批号	盐酸麻黄碱 /mg·片 ⁻¹
051113	0.17
051222	0.12
051227	0.13

3 讨论

3.1 本实验根据盐酸麻黄碱在强碱状态下能游离挥发的特性,进行蒸馏提取,可得到较单一的提取溶剂,杂质干扰少。

3.2 HPLC简便、快速、稳定、准确,可作为样品含量的控制方法。由于样品仅测了3批,需积累数据后确定其含量限

度,用于该制剂的质量控制。

REFERENCES

- [1] Ch. P. (2005) Vol. I (中国药典 2005年版一部) [S]. 2005. 337
- [2] DONG H R, XU S L, LI J. Determination of Ephedrine hydrochloride in Kexinkang tablets by HPLC [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 2004, 35(11): 215
- [3] ZHANG G Y, WANG L. Determination of Ephedrine Hydrochloride in Kechuanling tablets by RP-HPLC [J]. Jiangsu Pharm Clin Res (江苏药学与临床研究), 2005, 13(1): 334
- [4] XUE Li. Determination of Ephedrine hydrochloride in Baizhishanganmao granules by HPLC [J]. J Guangxi Coll Tradit Chin Med Univ (广西中医学院学报), 2003, 6(4): 50

收稿日期: 2006-04-14

HPLC测定参术儿康糖浆中 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷的含量

商量¹, 章春宇², 李红岩³, 商慧娟⁴, 王威^{3*} (1 吉林省肿瘤医院, 长春 130012; 2 长春医学高等专科学校, 长春 130051; 3 吉林省中医中药研究院, 长春 130021; 4 吉林省药品检验所, 长春 130062)

摘要: 目的 建立高效液相色谱法测定参术儿康糖浆中 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷的含量。方法 采用 Techsphere C₁₈ 色谱柱; 流动相为乙腈-水 (16:84); 检测波长为 320 nm; 柱温为 40℃。结果 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷进样量在 0.044 96~0.224 80 μg 内与峰面积分值得呈良好的线性关系 ($r=0.9999$); 平均加样回收率为 100.25% (RSD=0.69%, $n=5$)。结论 方法简便、准确,可作为该制剂的质量控制方法。

关键词: 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷; 参术儿康糖浆; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.792; R917.101 文献标识码: A 文章编号: 1007-7693(2008)05-0436-03

Determination of 2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside in Shenzhu Erkang Syrup by HPLC

SHANG Liang¹, ZHANG Chun-yu², LI Hong-yan³, SHANG Hui-juan⁴, WANG Wei^{3*} (1. Jilin Province Tumor Hospital, Changchun 130012, China; 2. Changchun Medical College, Changchun 130051, China; 3. Jilin Province Academy of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Changchun 130021, China; 4. Jilin Province Institute for Drug Control, Changchun 130062, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC method for the determination of 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside in Shenzhu Erkang syrup. **METHODS** The Techsphere C₁₈ column was used as the stationary phase with the mobile phase of acetonitrile-water (16:84). The detection wavelength was 320 nm and the column temperature was 40℃. **RESULTS** The linear range of 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside was 0.044 96~0.224 80 μg ($r=0.9999$). The average recovery was 100.25% with the RSD of 0.69% ($n=5$). **CONCLUSION** The method is convenient and accurate. It can be used for the quality control of 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside in Shenzhu Erkang syrup.

KEY WORDS 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside; Shenzhu Erkang syrup; HPLC

参术儿康糖浆是由白术、炙黄芪、制何首乌、甘草等 15 味中药组成的复方制剂。具有健脾和胃, 益气养血的功效,

作者简介: 商量, 男, 主管药师 * 通讯作者: 王威 Tel (0431) 86816224 E-mail: w. wang@263.net