

者的体质量,同时准确测量危重患者体质量的方法较为复杂和存在潜在危险。本研究为我们在临床实践中测量危重病或不能走动的患者体质量提供安全快捷简便测量方法的新途径,对危重病患者临床治疗具有重要价值。

参考文献:

- [1] 景畅,王炳成,陈秋明.根据足趾掌宽值推断体重公式的修正计算[J].刑事技术,2003,4(4):8-10.
- [2] 刘水平,江志.癫痫患儿丙戊酸钠血药浓度的相关分析[J].中国现代医药杂志,2008,10(7):41-42.
- [3] Blouin RA, Bauer LA, Miller DD, *et al.* Vancomycin pharmacokinetics on normal and morbidly obese subjects[J]. Antimicrob Agents Chemother, 1982, 21: 575-580.
- [4] Vance Bryan K, Guay DR, Gilliland SS, *et al.* Effect of obesity on Vancomycin pharmacokinetic parameters as determined by using a Bayesian forecasting technique[J]. Antimicrob Agents Chemother, 1993, 37: 436-440.
- [5] Pezak SR, Gubbins PO, Rodvold KA, *et al.* Therapeutic drug monitoring of Vancomycin in morbidly obese patient[J]. Ther Drug Monitor, 1998, 20: 261-265.
- [6] Sobotka L 主编,蔡威译.临床营养基础——欧洲肠外和肠内营养学会继续教育专用课本[M]. 3版.上海:复旦大学出版社,2007:6-12.
- [7] Gail Cresci 著,蒋朱明译.危重症患者的营养支持[M].北京:人民卫生出版社,2008:76-91.

[收稿日期] 2010-12-25

高效液相色谱法测定利肺止咳颗粒中盐酸麻黄碱的含量

翟武明,李洪霞 (苏州太仓市中医医院,江苏太仓 215400)

[摘要] 目的:建立 HPLC 法测定利肺止咳颗粒中盐酸麻黄碱的含量。方法:采用 Agilent C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm) 色谱柱,以水-乙腈-磷酸-十二烷基硫酸钠(520:480:1:5)为流动相,流速为 1.0 mL·min⁻¹,检测波长为 210 nm。结果:盐酸麻黄碱线性范围为 4.4~48.7 mg·L⁻¹;精密度试验 RSD 为 0.5%,重复性试验 RSD 为 0.9%,平均回收率为 99.5%,RSD 为 1.5% (n=6)。结论:该方法简便、可靠、准确,可用于该制剂的质量控制。

[关键词] 高效液相色谱法;利肺止咳颗粒;盐酸麻黄碱

[中图分类号] R927 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1001-5213 (2011) 14-1221-02

利肺止咳颗粒是由直立百部、紫苑(蜜炙)、白花前胡、桔梗、苦杏仁(炒)、麻黄、炙甘草等 11 味中药材组成的复方制剂。麻黄为本方佐药,辛苦温,《本草正义》谓之为“轻清上浮,开肺泄邪”之要药。与制剂的功能主治是一致的,因此选用麻黄中主要活性成分盐酸麻黄碱为本制剂的质量控制指标。根据文献[1-2],本文采用 HPLC 法测定利肺止咳颗粒中盐酸麻黄碱的含量。

1 材料

美国戴安 U3000 高效液相色谱系列:低压四元输液泵、

自动进样器、柱温箱、紫外检测器、Chromeleon 变色龙色谱数据工作站。盐酸麻黄碱对照品(批号 110713-200208)购自中国药品生物制品检定所;利肺止咳颗粒(迪沙药业集团有限公司规格 6 g;批号 20051101、20051102、20051220)乙腈为色谱纯,水为注射用水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液制备 (1)对照品溶液:精密称取盐酸麻黄碱对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 0.043 mg 的溶液,即得。(2)供试品溶液:取本品,研细,取 1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加入 1% 盐酸-甲醇溶液 20 mL,称定,超声处理(功率 250 W,频率 20 kHz) 30 min,放冷,再称定,用 1% 盐酸-甲醇溶液补足减失的重量,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。(3)阴性样品溶液:按本制剂的处方、工艺制成缺麻黄的阴性对照品,按供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。

2.2 色谱条件 采用 Agilent C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm) 色谱柱,以水-乙腈-磷酸-十二烷基硫酸钠(520:480:1:5)为流动相,流速为 1.0 mL·min⁻¹,检测波长为 210 nm,室温,进样量 10 μL。在此色谱条件下,样品中盐酸麻黄碱与其他峰可得到较好的分离,其色谱峰的保留时间与对照品的一致,缺麻黄药材的阴性对照未见对应色谱峰(见图 1)。

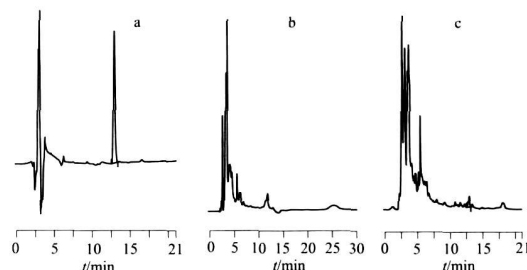


图 1 利肺止咳颗粒色谱图

a. 阴性对照; b. 盐酸麻黄碱对照品; c. 利肺止咳颗粒样品

Fig 1 HPLC chromatogram

a. negative control substance; b. ephedrine hydrochloride; c. Lifei Zhike granules

2.3 线性关系考察 精密称取盐酸麻黄碱对照品约 11 mg,置 50 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为储备液。分别精密吸取上述溶液 1, 3, 5, 7, 9, 11 mL 置 50 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。按上述色谱条件进样,以盐酸麻黄碱峰面积(Y)为纵坐标、进样浓度(X)为横坐标,进行线性回归分析,线性范围为 4.4~48.7 mg·L⁻¹,回归方程为:Y=28.749X-0.0499, r=0.9995。

2.4 精密度试验 精密量取按“2.1”项下方法配制的供试品溶液 10 μL 注入液相色谱仪,连续进样 6 次,测定精密度。以盐酸麻黄碱的峰面积计算,结果 RSD 为 0.5%。

2.5 重复性试验 取同一批号样品(批号 20051101)按“2.1”项下方法平行制备供试品溶液 6 份进行测定,计算含量。结果盐酸麻黄碱含量的 RSD 为 0.9% (n=6)。

2.6 稳定性试验 取同一供试品溶液(批号 20051101)在室温下分别于 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 进行测定,结果表明,峰面积值无明显变化, RSD 为 0.4%。

2.7 回收率试验 精密称取已知含量的样品 6 份,各 2.5 g,置具塞锥形瓶中,各精密加入盐酸麻黄碱对照品适

量,加 50 mL 1% 盐酸-甲醇溶液,按“2.1”项下方法制备加样回收供试品溶液,测定含量,计算回收率。结果盐酸麻黄碱平均回收率($n=6$)为 99.5%,RSD 为 1.5%。

2.8 样品测定 精密称取利肺止咳颗粒粉末 1 g,按“2.1”项下方法制备供试品溶液和对照品溶液,按“2.2”项下色谱条件进样测定,色谱图见图 1,结果以外标法计算,批号为 20051101、20051102、20051220 的样品中盐酸麻黄碱的含量分别为 0.627、0.600、0.597 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

3 讨论

处方中盐酸麻黄碱既属于止咳的有效成分,又属于强成瘾性物质,故对方中盐酸麻黄碱进行含量测定,能有效控制产品质量,可为利肺止咳颗粒的质量控制提供依据。目前多采用薄层色谱法测定其含量,方法重现性差,测定结果不准确。采用高效液相色谱法测定,可以有效地排除溶剂干扰。本方法重复性、准确度、灵敏度均能符合含量测定要求,是一种检测盐酸麻黄碱的有效方法。

参考文献:

- [1] 王玉兰,徐国庆,王卫峰,等. HPLC 法测定咳喘宁颗粒中盐酸麻黄碱的含量[J]. 陕西中医, 2006, 27(10): 1288.
- [2] 周卫,杨燕飞. HPLC 法测定消咳宁片中盐酸麻黄碱的含量[J]. 中国药事, 2008, 22(9): 815-816.

[收稿日期] 2010-09-22

高效液相色谱法同时测定炎可宁片中 小檗碱和巴马汀的含量

曹莺 (张家港市第一人民医院药剂科, 江苏 张家港 215600)

[摘要] 目的: 建立在同[] 色谱条件下同时测定炎可宁片中
小檗碱和巴马汀的含量的方法。方法: 采用高效液相色谱法,以 Waters Symmetry C₁₈(3.9 mm×150 mm, 5 μm) 为色谱柱; 0.05 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 磷酸二氢钾溶液-乙腈(70/30)(每 1 000 mL 中加入 1 g 十二烷基硫酸钠)为流动相; 流速: 1.0 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$; 检测波长: 265 nm。结果: 小檗碱和巴马汀分别在 0.025~1.280 $0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 和 0.002 0~0.100 $0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内样品含量与峰面积呈良好的线性关系, 平均回收率分别为 99.13% 和 98.27%。结论: 本方法简便、灵敏、准确, 可用于炎可宁片的质量控制。

[关键词] 小檗碱; 巴马汀; 炎可宁片; 高效液相色谱法

[中图分类号] R927 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1004-5213 (2011) 14-1222-02

炎可宁片为国家药典^[1] 收载品种, 由黄柏、大黄、黄芩、板蓝根、黄连等 5 味中药组成, 具有清热泻火, 消炎止痛之功效。临床上常用于急性扁桃腺炎, 细菌性肺炎, 急性结膜炎, 中耳炎, 疖痈瘰癧, 急性乳腺炎, 肠炎, 细菌性痢疾及急性尿道感染。炎可宁片药品标准为《卫生部药品标准》中药成方制剂第七册^[2], 其中未包括黄柏、黄连的测定方法, 本实验采用高效液相色谱法测定炎可宁片中小檗碱和巴马汀的含量,

为进一步完善该制剂的质量控制标准提供依据。

1 材料

美国 Waters 2695 高效液相色谱仪; Empower 化学工作站; Mettler AG135 电子分析天平; 小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所, HPLC $\geq 98\%$, 30 mg, 批号 110713-200910); 巴马汀对照品(中国药品生物制品检定所, HPLC $\geq 98\%$, 50 mg, 批号 110732-200907); 炎可宁片(四川省三星堆制药有限公司, 规格: 0.3 g×12×2, 批号 080905; 吉林省康福药业有限公司, 规格: 15 片×3 板, 批号 20090305; 四川好医生制药有限公司, 规格: 0.45 g×24, 批号 090501; 辽宁好护士药业(集团) 有限责任公司, 规格: 0.3 g×12×2, 批号 090801); 乙腈为色谱纯, 水为纯化水, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Waters Symmetry C₁₈(3.9 mm×150 mm, 5 μm); 流动相: 0.05 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 磷酸二氢钾溶液-乙腈(70/30)^[3] (每 1 000 mL 中加入 1 g 十二烷基庚烷硫酸钠); 流速: 1.0 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$; 检测波长: 265 nm; 进样量: 20 μL 。理论塔板数以小檗碱峰计算不低于 3 000; 小檗碱、巴马汀与相邻峰的分度均大于 1.5; 拖尾因子均符合要求。在该色谱条件下, 色谱图见图 1。

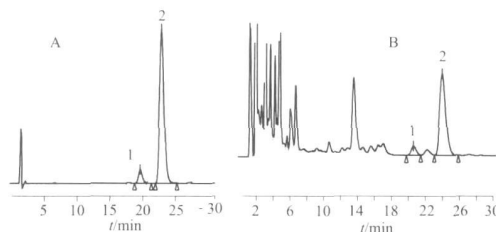


图 1 HPLC 图

A. 对照品; B. 样品; 1-小檗碱 2-巴马汀

Fig 1 HPLC chromatogram

A. reference substance; B. sample; 1-berberine; 2-pam atine

2.2 溶液的制备

2.2.1 供试品溶液 取本品 10 片(糖衣片除去包衣), 研细混匀, 取粉末约 0.7 g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加 1% 盐酸甲醇溶液适量, 置水浴上加热回流提取 5 h, 并将提取液转移至蒸发皿中, 待溶液蒸干后, 残渣加甲醇溶解, 转移并定容至 25 mL 量瓶中, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液^[4]。

2.2.2 对照品溶液的制备 分别精密称取小檗碱对照品 50 mg 和巴马汀对照品 5 mg 置 50 mL 量瓶中, 分别加入甲醇适量, 超声使溶解, 加甲醇稀释至刻度, 制成含小檗碱 1 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 和巴马汀 0.1 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的对照品储备溶液。

2.3 含量测定

2.3.1 测定波长的选择 采用 DAD 紫外检测器, 对小檗碱和巴马汀进行 3D 紫外光谱扫描采集, 结果小檗碱在 228.5, 263.8 nm 和 346.9 nm 波长处有最大吸收, 巴马汀在 226.1, 265.0 nm 和 346.9 nm 波长处有最大吸收。由于小檗碱在 4 批样品中含量均较巴马汀高, 故选择巴马汀的最大吸收波长 265.0 nm 为最佳提取波长, 在此波长处小檗碱亦有较大吸收。

2.3.2 标准曲线的制备 分别精密量取小檗碱和巴马汀对照品储备溶液, 用 1% 盐酸甲醇溶液稀释制成含小檗碱