

价和卫生指标,未对主要成分进行分析。化学成分与食品添加剂安全性密切相关,同时化学成分的未知性也直接影响着食品添加剂其他价值的开发利用。在普通食品中添加某些功能性配料的功能食品,已成为近年世界食品工业新的增长点,也是食品添加剂的发展动向。食品添加剂的化学成分分析及检验技术尤为重要。红花黄色素作为天然食用色素、天然抗氧化剂,对心血管系统具有良好的保护作用,亦可作为功能性食品添加剂。因此为进一步开发利用红花黄色素,主要成分的分析是必不可少的。

参考文献

- [1] 中国药典 2010 年版. 一部[S]. 2010: 141.
- [2] 施峰,刘焱文. 红花的化学成分及药理研究进展[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(9): 1666-1667.
- [3] 肖文英. 红花黄色素研究进展[J]. 临床医药实践杂志, 2006, 15(9): 646-649.
- [4] 赵明波,邓秀兰,王亚玲,等. 高效液相色谱法测定红花中的羟基红花黄色素 A [J]. 色谱, 2003, 21(6): 593-595.
- [5] 刘月庆,王睿,毕开顺. HPLC 法测定红花中红花黄色素 A 的含量[J]. 药物分析杂志, 2004, 24(4): 356-358.

收稿日期: 2010-10-28

HPLC 测定吸入用硫酸沙丁胺醇溶液的含量

向云洁¹,邓震^{1*},沈清²(1.贵州省息烽县人民医院药剂科,贵州 息烽 551100; 2.贵州省安顺市中西医结合医院药剂科,贵州 安顺 561000)

摘要:目的 建立 HPLC 测定吸入用硫酸沙丁胺醇溶液中硫酸沙丁胺醇含量的方法,以控制该制剂的质量。方法 采用 VARIAN C₁₈ 色谱柱,磷酸盐缓冲液-甲醇(80:20)为流动相,检测波长为 276 nm。结果 硫酸沙丁胺醇标准曲线在 25~400 μg·mL⁻¹ 内呈良好的线性关系($r=0.999\ 9$)。结论 本方法简单、快速、结果准确,适用于吸入用硫酸沙丁胺醇溶液的含量测定。

关键词: 硫酸沙丁胺醇;含量测定;高效液相色谱法

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2011)13-1351-03

硫酸沙丁胺醇是一种选择性 β_2 受体激动剂,主要作用于支气管 β_2 肾上腺受体,松弛平滑肌,其机制为激活腺苷酸环化酶,促进环磷腺苷(cAMP)生成。由于吸入剂使用时最大限度地避免了首过效应,吸入本品作用时间可持续 3~6 h, $t_{1/2}$ 为 3.8 h,一次 0.1~0.2 mg, 4~6 h·次⁻¹,虽用药次数多,但不易发生不良反应。临床主要用于治疗支气管哮喘、喘息性支气管炎,肺气肿患者的支气管痉挛等。目前,该药的片剂、注射液、缓释胶囊剂等,中国药典 2010 年版均采用 HPLC 测定含量^[1],而吸入性溶液未采用 HPLC 测定含量。本试验建立了用 HPLC 测定吸入用硫酸沙丁胺醇溶液的含量,该方法简便、实用、省时、结果准确,能满足吸入用硫酸沙丁胺醇溶液质量控制的要求。

1 仪器与试剂

VARIAN prostar 色谱仪, VARIAN C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.5 mm, 5 μm), VARIAN 325 紫外检测

器(美国 VARIAN 公司);吸入用硫酸沙丁胺醇溶液[商品名:万托林(Ventolin),葛兰素史克,规格:100 mg·(20 mL)⁻¹或 5 mg·mL⁻¹,批号:C381142, C391822, C465105];硫酸沙丁胺醇对照品(中国生物制品检定所,规格:50 mg·瓶⁻¹,批号:100328-200502);甲醇(色谱纯,美国 TEDIA 公司);水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

VARIAN C₁₈ 色谱柱,以 0.08 mol·L⁻¹ 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.10±0.05)-甲醇(80:20)为流动相,流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长为 276 nm,进样量为 20 μL。

2.2 专属性试验

取硫酸沙丁胺醇对照品适量,加流动相配制浓度为 100 μg·mL⁻¹ 的对照品溶液,按“2.1”色谱条件进行测定,结果硫酸沙丁胺醇保留时间约

作者简介:向云洁,女,主管药师 Tel: (0851)7730455
Tel: (0851)7721310 E-mail: dzxf2009@163.com

E-mail: xiangyj2010@sina.com

*通信作者:邓震,男,主管药师

7 min, 理论板数按沙丁胺醇峰计为 7 500, 与相邻杂质峰的分离度符合要求, 见图 1A。

另取 5.0 mL 注射用生理盐水, 流动相稀释至 100 mL, 用 0.45 μm 滤膜滤过, 按“2.1”项下色谱条件, 进样测定。结果在硫酸沙丁胺醇保留时间处, 溶剂和辅料无色谱响应, 对硫酸沙丁胺醇无干扰, 见图 1B。

取 5 mL 吸入用硫酸沙丁胺醇溶液, 置 100 mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 即为硫酸沙丁胺醇样品溶液。精密量取 20 μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 见图 1C。

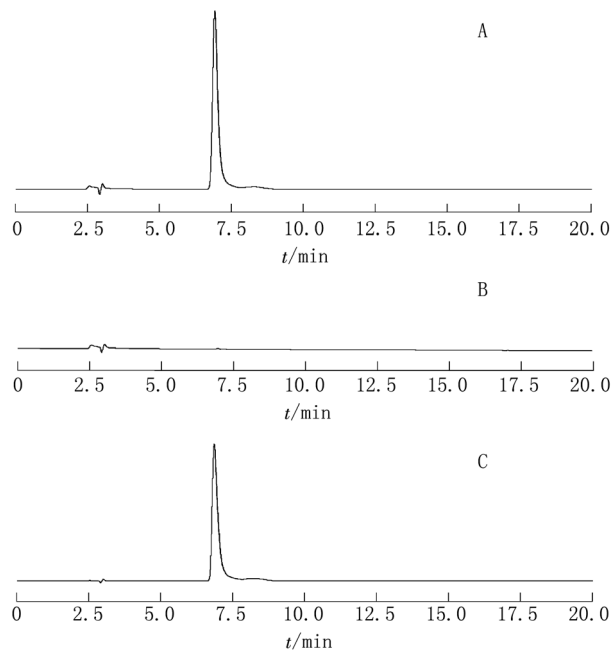


图 1 高效液相色谱图

A-对照品; B-空白溶液; C-供试品

Fig 1 HPLC chromatogram

A-control; B-blank; C-sample

2.3 标准曲线制备

精密称取硫酸沙丁胺醇对照品 0.0200 g 加流动相溶解并稀释至 50 mL, 摇匀; 精密量取该溶液, 用流动相制成浓度为 25, 50, 75, 100, 150, 200, 400 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的对照溶液, 按“2.1”项下色谱条件, 取 20 μL 进样, 记录色谱图。以对照溶液浓度(X)对峰面积(Y)进行线性回归, 得线性方程为: $Y=64\,788X+13\,236$, $r=0.999\,9$ 。

2.4 回收率试验

取“2.2”项下样品溶液 3 份, 按处方比例的 80%, 100%, 120% 准确加入硫酸沙丁胺醇对照品摇匀, 经 0.45 μm 滤膜滤过后进样, 测得硫酸沙丁胺醇平均回收率分别为 99.9%, 100.4%, 100.0%

(RSD 为 0.26%, $n=3$)。

2.5 仪器精密度试验

取浓度为 75 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 对照品溶液, 20 μL 进样 6 次, 测定硫酸沙丁胺醇峰面积, RSD 为 0.25%, 表明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验

取“2.2”项下样品溶液, 分别放置 0, 4, 8, 12, 24 h 后, 分别进样, 测定硫酸沙丁胺醇峰面积, 计算其含量, RSD 为 0.46%。

2.7 样品含量测定

取供试品 3 瓶, 精密量取本品 5 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 20 μL 注入液相色谱仪。另取硫酸沙丁胺醇对照品适量, 精密称定, 用水溶解制成每 1 mL 中约含 200 μg 的溶液, 同法测定。按外标法以峰面积计算, 并将结果与 0.829 9 相乘, 即得样品含量, 结果见表 1, RSD 为 0.83%。

表 1 供试品中硫酸沙丁胺醇的含量($n=3$)

Tab 1 Determination of salbutamol sulfate in sample($n=3$)

批号	测定值/ $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$	标示值/ $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$	标示百分含量/%
C381142	4.996 0	5	99.9
C391822	5.004 3	5	100.1
C465105	4.987 7	5	99.8

3 讨论

根据中国药典 2010 版二部硫酸沙丁胺醇制剂的含量测定, 以 276 nm 为测定波长^[1]。

通过检索文献, 有 HPLC 测定硫酸沙丁胺醇口服结肠定位缓释片、脉冲片、双层片等剂型的报道^[2-4], 同时也有使用荧光分光光度法测定硫酸沙丁胺醇片的含量^[5], 但还未有采用 HPLC 测定吸入用硫酸沙丁胺醇溶液含量的报道。

经过流动相 pH 值和甲醇浓度的选择, 认为 0.08 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.10 ± 0.05)-甲醇(80:20)为流动相, 能将未知杂质与硫酸沙丁胺醇峰很好地分离。在此条件下, 所选用色谱柱能较好分离硫酸沙丁胺醇; 而在中国药典 2010 版二部硫酸沙丁胺醇的含量测定的流动相条件下, 硫酸沙丁胺醇峰有拖尾现象。因此, 建议测定吸入用硫酸沙丁胺醇溶液含量时使用 0.08 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.10 ± 0.05)-甲醇(80:20)为流动相。

实验中, 笔者对该药 3 个批号(C381142,

C391822, C465105)的3个样品分别用HPLC进行了含量测定,测定结果在标示值的80%~120%内,均为合格。结果表明,本方法测定供试品中硫酸沙丁胺醇的含量合格,且方法简单、快速、结果准确,适用于吸入用硫酸沙丁胺醇溶液的含量测定。

参考文献

- [1] Ch.P(2010)Vol II(中国药典 2010 年版.二部) [S]. 2010: 979-981.
- [2] MI Y, FANG Z Z, WANG J J, et al. Determination of salbutamol sulfate oral colon-targeted sustained-release tablet

[J]. J Tianjin Med Univ(天津医科大学学报), 2008, 14(4): 460-462, 465.

- [3] YAN M, GUO T, ZHOU J P, et al. Determination of the content of salbutamol sulfate pulsatile tablets and related substances by RP-HPLC Method [J]. Pharm J Chin PLA(解放军药学报), 2009, 25(1): 73-76.
- [4] SU Q. Content determination of salbutamol-sulfate composite tablet by HPLC [J]. J Mod Food Pharm(现代食品与药品杂志), 2006, 16(4): 19-21.
- [5] HUANG X P, HUANG X X, XIE S X, et al. Determination of the content of salbutamol sulfate tablet with fluorospectrophotometry [J]. Mod Prev Med(现代预防医学), 2005, 32(5): 562-577.

收稿日期: 2010-11-11

HPLC 测定祛痰合剂中橙皮苷的含量

李国成, 刘春霞*, 余晓霞(中山大学孙逸仙纪念医院药学部, 广州 510120)

摘要: 目的 建立高效液相色谱法测定祛痰合剂中橙皮苷的含量。方法 采用 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-冰醋酸-水(25:5:70), 流速 1 mL·min⁻¹, 检测波长 283 nm, 柱温 30 ℃。结果 橙皮苷线性范围是 1.05~34.56 μg·mL⁻¹, 线性方程为 $Y=10.346X+0.7952$, $r=0.9996$; 平均回收率为 98.8%, RSD 为 1.2%($n=9$)。结论 本法简便, 准确和选择性好, 可用于祛痰合剂的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 祛痰合剂; 橙皮苷

中图分类号: R917.101; R927.2

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2011)13-1353-03

Determination of Hesperdin in Expectorant Mixture by HPLC

LI Guocheng, LIU Chunxia*, YU Xiaoxia(Department of Pharmacy, Sun Yat-sen Memorial Hospital, Sun Yat-sen University, Guangzhou 510120, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE An HPLC method was developed and validated for determining hesperdin in Expectorant mixture. **METHODS** Chromatographic separation was performed on an Agilent Eclipse XDB-C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm) with a mobile phase of methanol-glacial acetic acid-distilled water(25:5:70). The flow rate was 1.0 mL·min⁻¹ and the detecting wavelength was 283 nm. **RESULTS** The linear range of hesperdin was 1.05–34.56 μg·mL⁻¹. Linear equation was $Y=10.346X+0.7952$ ($r=0.9996$). The average recovery ($n=9$) of hesperdin was 98.3% (RSD=1.7%). **CONCLUSION** The method is simple, accurate and selective and sensitive to quantify hesperdin in Expectorant mixture.

KEY WORDS: HPLC; Expectorant mixture; hesperdin

祛痰合剂是我院制剂,由远志酊、陈皮酊、氨制茴香酊组成,具有祛痰、止咳作用,临床上用于治疗慢性呼吸道感染或急性炎症发作、咳痰困难等症。经多年的临床应用观察,其疗效显著,深受患者喜爱。为了有效控制该制剂的内在质量,本试验对其质量标准进行了研究。结果表明:本法简便、

准确和选择性好,可用于祛痰合剂的质量控制。

1 仪器与试药

Agilent HP 1200 高效液相色谱仪(美国Agilent公司),包括G1322A 自动脱气机, G1311A 自动调配四元泵, G1329A 自动进样器, G1316A 可调柱温箱, G1314B可变波长紫外检测器; Agilent 色

作者简介: 李国成, 男, 硕士, 副主任药师
Tel: (020)81332427 E-mail: lxcgz@163.com

Tel: (020)81332451

E-mail: lgcwx@163.com

*通信作者: 刘春霞, 女, 副主任药师