

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] 王玉安,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:建立在同一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 mol·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 mL·
min⁻¹; 检测波长: 265 nm。结果: 小檗碱和巴马汀分别在
0.025 6~1.280 0 g·L⁻¹ 和 0.002 0~0.100 0 g·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, 疖痈瘰疬, 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 ≥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 ≥
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 mol·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 mL·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。

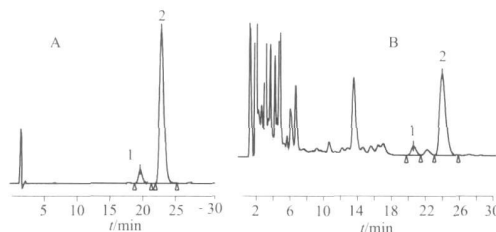


图 1 HPLC 图

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-pamaquine

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 g·L⁻¹
和巴马汀 0.1 g·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

(0.026, 0.064, 0.128, 0.256, 0.512, 1.280 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$) 和巴马汀 (0.002, 0.005, 0.010, 0.020, 0.040, 0.100 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$) 的系列标准溶液。分别取对应溶液各 20 μL 进样, 在上述色谱条件下进行分析。以色谱峰峰面积 A 对质量浓度 C ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$) 进行线性回归, 绘制标准曲线, 得小檗碱的回归方程为: $Y = 360.54X - 0.0525$; 巴马汀的回归方程为: $Y = 3478X - 0.0637$ 。

结果表明, 小檗碱和巴马汀分别在 0.025 6~1.280 0 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 和 0.002 0~0.100 0 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内线性关系良好。

2.3.3 重复性试和精密度试验 取同批样品(批号为 090801) 5 份, 同“2.2.1”项下方法制备供试品溶液, 在相同色谱条件下测定并计算含量, 结果小檗碱的平均含量为 5.009 5 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 为 1.1%; 巴马汀的平均含量为 0.503 5 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 为 0.8%, 表明方法的重复性较好。

精密吸取 同一对照品溶液(含小檗碱 0.128 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, 含巴马汀 0.01 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$) 20 μL , 在相同色谱条件下重复进样 5 次, 测定小檗碱和巴马汀的峰面积, 结果 RSD 分别为 0.4% 和 0.4%, 表明本法的精密度良好。

2.3.4 稳定性试验 取供试品溶液(批号为 090801), 室温下放置, 分别于 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 测定, 记录 2 种化合物的峰面积。结果表明, 小檗碱和巴马汀在 24 h 内稳定, RSD 分别为 0.8% 和 1.2%。

2.3.5 回收率试验 取已知含量的样品约 0.7 g, 共取 9 份, 每 3 份一组, 精密称定, 每组分别精密加入小檗碱和巴马汀对照品溶液(含小檗碱 1.28 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, 巴马汀 0.1 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$) 1.5, 2.0, 2.2 mL, 再加入甲醇适量, 按“2.2.1”项下方法制成溶液, 进样测定, 计算 2 种化合物的回收率。结果小檗碱低、中、高 3 个加入量的回收率($n=3$) 分别为 99.47%, 99.20%, 98.72%; RSD 分别为 1.2%, 0.9%, 1.3%; 平均回收率($n=9$) 为 99.13%。巴马汀低、中、高 3 个加入量的回收率($n=3$) 分别为 98.92%, 98.04%, 97.85%; RSD 分别为 1.5%, 1.2%, 0.6%; 平均回收率($n=9$) 为 98.27%。

2.3.6 样品的含量测定 取不同批号的 4 批炎可宁片, 按“2.2.1”项下方法操作, 在上述色谱条件下进行分析, 计算样品中小檗碱和巴马汀的含量, 结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果 ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, $n=4$)

Tab 1 Results of content assay of sample ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, $n=4$)

批号	小檗碱含量	巴马汀含量
20090305	3.438 2	0.320 0
20090501	25.251 6	0.847 4
20090801	5.009 5	0.503 5
20080905	7.140 5	0.196 1

3 讨论

3.1 流动相的选择 巴马汀和小檗碱因结构相似, 在一般的流动相中难以达到基线分离, 经参考有关文献并实验证明, 采用 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) 为流动相洗脱, 各组分可以达到基线分离且定量准确。

3.2 提取溶剂的选择 笔者分别采用甲醇、流动相、1% 盐酸甲醇为提取溶剂进行实验考察, 结果以 1% 盐酸甲醇溶液作提取溶剂, 小檗碱和巴马汀两种成分提取最为完全。

3.3 提取方法的选择 文献报道有索氏提取、加热回流、超

声提取等方法。经实验考察, 采用索氏提取回流最佳, 经对提取时间(3, 5, 7 h) 进行试验, 结果证明, 样品以 1% 盐酸甲醇为提取溶剂, 采用索氏提取 5 h, 小檗碱和巴马汀 2 种成分提取较完全, 且节约时间, 回收率较高。

本实验结果证明用本法同时测定炎可宁片样品中的小檗碱和巴马汀的含量, 快速准确, 样品处理简便易行, 且灵敏度高、重复性好, 为进一步完善该制剂的质量控制标准提供依据。

参考文献:

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2005: 465.
- [2] 中华人民共和国卫生部. 卫生部药品标准中药成分制剂[S]. 第 7 册. 1998: 104.
- [3] 朱静毅, 李倚云. RP-HPLC 法同时测定固肠止泻丸中盐酸小檗碱和盐酸巴马汀的含量[J]. 中国医药导报, 2007, 4(35): 118-119.
- [4] 鲁云博, 杨广德. 黄柏中盐酸小檗碱和盐酸巴马汀的提取方法研究[J]. 中成药, 2004, 26(3): 186-189.

[收稿日期] 2010-11-19

逆流动态提取法优选心脉通胶囊提取工艺

田宇光, 张健泓, 刘雅雅 (广东食品药品职业学院, 广东广州 510520)

[摘要] 目的: 优选心脉通胶囊的提取工艺。方法: 采用逆流动态提取方法, 以淫羊藿苷的量为考察心脉通胶囊提取工艺的最优条件。结果: 逆流动态提取最佳提取工艺为 $A_2B_2C_2D_2$, 即药材加 60% 乙醇逆流动态提取, 生药: 乙醇为 1: 8, 单元提取时间为 60min, 控制提取温度为 45 $^{\circ}\text{C}$ 。结论: 逆流动态提取工艺提取效率高、能耗低, 适用于工业化大生产, 值得推广。

[关键词] 心脉通胶囊; 逆流动态提取; 淫羊藿苷
[中图分类号] R285.6 [文献标识码] A [文章编号] 1004-5213(2011)14-1223-03

心脉通胶囊为中药复方六类新药, 由淫羊藿、川芎、丹参、枳壳等药材经由现代工艺制备而成, 具有活血散淤, 行气通痹之功效。为防止有效成分流失, 提高制剂质量, 结合化学成分和药理作用, 拟采用乙醇进行提取药材。目前应用比较多的提取方法有回流提取、逆流动态提取等, 传统回流提取不仅耗时长, 而且提取效率低, 提取时间长, 溶剂用量大, 能耗高; 逆流动态提取技术是在动态提取的基础上, 根据现代提取技术和工艺设备的要求发展起来的一种新的提取技术, 具有有效成分得率高、能连续作业, 生产效率高、应用范围广、提取作业温度低、生产成本低等明显优势^[1]。本文采用逆流动态提取方法筛选最佳提取工艺, 并与传统回流提取工艺结果进行比较, 为心脉通胶囊的研究和开发提供参考。

1 材料

Dionex 高效液相色谱仪(UVD170U 检测器、Chromleon 化学工作站, 德国戴安公司); AB204-N 型分析天平(万