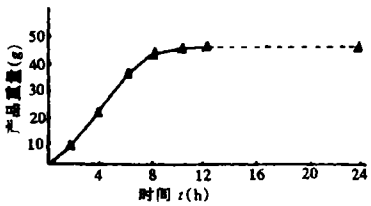
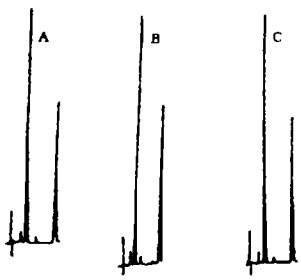


图 3　沉降时间与得率的关系



A-标准品　B,C-铵盐产品

图 4　产品 HPLC 图

甘草酸铵盐，各项检测指标均达到国际标准要求，甘草酸含量比国际标准要高一些。

表 2　粒度对甘草提取的影响

粒度	粗粉（过 40 目筛）	薄片（厚 2～3 mm，长 3～5 cm）	厚片（厚 3～5 mm，长 3～5 cm）	片段（不纵切，长 3～5 cm）
提取物(%)	27.61	36.45	34.31	29.04
甘草酸(%)	21.92	28.00	26.42	23.44

甘草甜素的收率为甘草重量的 3.4%～3.5%，黄酮类化合物的收率为甘草重量的 7%，大大提高了原料的利用率，为甘草加工企业的综合利用提供实验室依据。

3.2　本工艺的废渣可回收木质素和纤维素，对此有关文献已有研究。

参考文献

1　胡金峰，等．中草药，1995，26(1)：39
2　CA，95：199935y
3　刘伯衡，等．干旱区研究．1992，9(1)：39
4　乔仲和，等．中草药，1997，28(9)：522
5　王秀英．食品工业科技，1993，3：59
6　CA，120：381289，

(1998-11-12 收稿)

反相离子对 HPLC 法测定情安喘定片中微量盐酸克仑特罗

厦门中药厂(361009)　杨珊瑛*

摘　要　用反相离子对 HPLC 法测定情安喘定片中微量盐酸克仑特罗的分析条件和测定方法。试验证明：本方法线性范围在 4～26 μg 之间，$r=0.9998$，平均回收率为 92.78%，精密度 $RSD(n=5)$ 为 0.80%。

关键词　反相离子对　HPLC 法　情安喘定片　盐酸克仑特罗。

情安喘定片系治疗喘症中热痰阻肺证的国家基本药物，具有平喘、镇咳、祛痰作用，现有标准未收载含量测定方法，方中盐酸克仑特罗(clenbuterol hydrochloride)是一种拟肾上腺能药[1,2]。国内文献报道的测定方法有比色法、薄层扫描法、滴定法；而 HPLC 法测定中成药中微量盐酸克仑特罗的方法未见报道。笔者利用离子对缓冲液[3,4]，建立一种专属性好、灵敏度高、结果准确可靠的测定制剂中微量盐酸克仑特罗的方法。

1　仪器与试药

高效液相色谱仪(美国 SP8800)，乙腈为色谱纯，其它试剂均为分析纯，盐酸克仑特罗对照品(上海申隆制药厂)，情安喘定片为我厂产品。

2　实验方法

* Address：Yang Shanying，Xiamen Factory of Traditional Chinese Medical，Xiamen
杨珊瑛　1983 年毕业于福建省福州大学化学系物理化学专业，获理学士学位，1992 年被评为化学工程师。几年来，主要从事中成药质量标准研究。

2.1 色谱条件：色谱柱为 YWG C_{18}(10 μm) 柱 250 mm×4.6 mm(中国科学院大连化学物理研究所)，流动相：乙腈-离子对缓冲液(含 0.025 mol/L SDS＋0.02 mol/L 冰醋酸，1 mol/L 氢氧化钠调 pH＝3.5)为 45∶55，检测波长为 245 nm，柱温为室温，流速为 1.0 mL/min。

2.2 线性关系：精密称取经 105℃干燥至恒重的盐酸克仑特罗对照品适量，置 50 mL 量瓶中，加适量 1%盐酸使溶解，并加 1%盐酸至刻度，配制成 200 μg/mL 的溶液作为盐酸克仑特罗的标准溶液。精密吸取对照品溶液 0.2，0.4，0.6，0.8，1.0，1.2 mL 置 10 mL 量瓶中，加 1%盐酸稀释至刻度，摇匀。将上述溶液 10 μL 注入色谱系统中，照上述色谱条件分析。结果盐酸克仑特罗峰面积积分值 Y 与浓度 X(μg/mL)呈良好的线性关系，回归方程为：$Y = 7631.67 - 1349.20X$，$r = 0.9998$，线性范围为 4～26 μg/mL。

2.3 精密度试验：取同一对照品溶液，重复进样 5 次，测得盐酸克仑特罗峰面积积分值，RSD(n＝5)为 0.80%。

2.4 样品测定：精密称取样品粉末 5 g，置具塞锥形瓶中，加 30 mL 乙醇，超声处理 1 h，静置，过滤，残渣用少量乙醇洗涤并入滤纸中，用乙醇 20 mL 洗涤，水层用 40%氢氧化钠溶液调节 pH＝9～10，用氯仿提取 4 次(25，15，15，15 mL)，氯仿提取液置水液上蒸干，放冷；残渣用少量 1%盐酸溶解，移入 5 mL 量瓶中，用 1%盐酸稀释至刻度，摇匀，用 0.45 μm 滤膜滤过，滤液为供试品溶液。

分别吸取供试品溶液与对照品溶液 10 μL 进样分析，依盐酸克仑特罗色谱峰面积，按外标法计算其含量。结果见表 1。

表 1 样品测定

批号	盐酸克仑特罗含量(μg/g)	批号	盐酸克仑特罗含量(μg/g)
970501	8.0553	980802	8.1905
970601	7.7851	980804	7.8689
970602	8.2300	980806	10.1135

另取空白样品，同法制备空白溶液，按上述方法测定。供试品、盐酸克仑特罗对照品及空白样品色谱图见图 1。从色谱图上可以看出空白液对盐酸克仑特罗的测定无干扰。

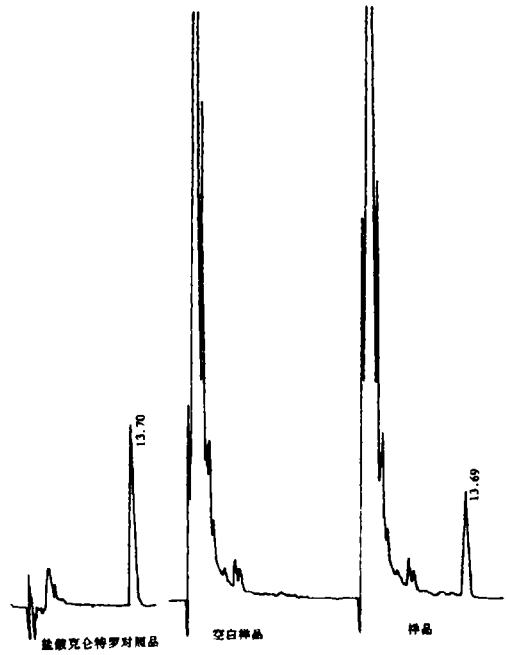


图 1 样品色谱图

2.5 重现性试验：按样品测定法对同批样品测定 5 次，结果 RSD＝3.5%。

2.6 回收率试验：采用加样回收法。精密称取已知盐酸克仑特罗含量的样品粉末 5 g，再精密添加一定量的盐酸克仑特罗对照品；同样品测定法处理，测定盐酸克仑特罗的含量。结果平均回收率为 92.79%，RSD(n＝5)为 2.10%。

3 讨论

盐酸克仑特罗作为一种成盐胺类药物，利用其分子中的特性部位，采用高效液相色谱中二次化学平衡原理，通过 pH 和离子对技术进行离子化控制，形成离子对化合物(RMH_3^+，RSO_4^-)，增加盐酸克仑特罗在固定相中保留值，从而达到色谱分离的最佳化。这就是本实验新建立的高效液相色谱分析系统-反相离子对色谱。它具有专属性好，选择性高，灵敏度好的优点，适用于制剂中微量盐酸克仑特罗的检测。

参 考 文 献

1 Qureshi G A, *et al*. J Chromatogr, 1988, 441(1): 197
2 Biondi P A, *et al*. J Chromatogr Sci, 1991, 29(5): 190
3 Signoretti E C, *et al*. J Chromatogr, 1989, 473(1): 301
4 Courtheyn D, *et al*. J Chromatogr, 1991, 564(2): 537

(1999-1-12 收稿)

HPLC 法测定卡瓦胡椒中不同部位卡瓦内酯的含量

湖南华湘宏生药业发展公司(长沙 40007) 曾建国
湖南宏生堂制药有限公司 宋云飞
湖南宏生药物研究所 侯团章 陈玉秀

卡瓦胡椒 *Piper methysticum* 是一种生长于热带及亚热带地区的低矮灌木，广泛分布于南太平洋群岛，具有镇静、催眠、抗菌、止痛等多方面的药理作用，在欧美等地广泛应用于营养补充剂和草药制剂等。我们采用 HPLC 的方法对不同部位的药材卡瓦内酯(kavalactones)含量进行监控，用以指导原药材的进口采购。

1 材料与仪器

材料：卡瓦胡椒购自斐济，均已晒干，其中包括茎、茎结节、根、根与茎的结节。Perkin-Elrmer 高效液相色谱仪(美国)，包括：Serries-200 高压泵，785A 检测器，Turbo 色谱工作站。

甲醇、磷酸为分析纯，乙腈为色谱纯，水为重蒸馏水，kavain 对照品购自美国。

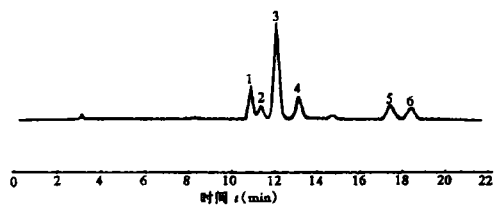
2 实验方法

2.1 色谱条件：色谱柱：Hypersil ODS(4.6 mm×250 mm)5 μ；流动相：甲醇-乙腈-水-磷酸(150∶150∶200∶0.2)，流速：0.8 mL/min；检测波长：256 nm；柱温为室温。

2.2 对照品溶液的制备：精密称取 kavain 标准品 10 mg 置 100 mL 的容量瓶中，加少量甲醇溶解，然后定容至刻度，配成浓度为 0.1 mg/mL 的溶液。

2.3 供试品溶液的制备：卡瓦胡椒原药材打粉(过 80 目筛)，混合均匀，精密称取原药材粉末 0.2 g，置 50 mL 的圆底烧瓶中，加入 25 mL 氯仿 50 ℃回流提取 3 h，过滤，滤液减压浓缩至干，残留物用少许甲醇溶解，并转移至 25 mL 的容量瓶中，定容，摇匀。取少许用 0.45 μm 的微孔滤膜过滤。

2.4 测定：取对照品溶液和供试品溶液各 5 μL 注入液相色谱仪进行分析(见图 1)。



1～6 化合物见表 1

图 1 卡瓦胡椒药材 HPLC 图

除 kavain 外，其余峰位置的确认及其换算因子均系参考文献[3,4]而得。总内酯含量按下式计算：

$$\text{kavalactones}\% = \frac{\frac{\Sigma(fi \times Ai)}{As} \times Cs \times V}{1000 \times W_{样}} \times 100\%$$

Ai：为某一种内酯的峰面积；As：为标准品峰面积；Cs：为标准品的浓度(mg/mL)；V：为样品定容的体积(mL)；$W_{样}$：为样品的称样量(g)；fi：为相关因子。

3 结果与讨论

表 1 各成分的 fi

编号	1	2	3	4	5	6
成分名称	methylsticin	dihydromethylsticin	kavain	dihydrokavain	demethoxyyangonin	yangonin
换算因子(fi)	2.04	2.38	1	3.33	1.89	2.78

3.1 对同一株原植物不同部位分别进行含量分析，每个样品分析 5 次，结果见表 2。

表 2 表明，该株卡瓦胡椒中卡瓦内酯以根的含量最高，其次为根与茎的结节，茎的含量最低。

3.2 对随机抽取的三支根的不同部位进行含量分析，其结果见表 3。

方差分析表明，根的三个部位之间的含量有显著性差异($0.01<P<0.05$)，且侧根的含量高于主根和茎与根的结节部位。

(下转第附 6 页)