

0.9997

2.5 精密度试验:取槲皮素、山柰素、异鼠李素对照品溶液,按上述色谱条件及检测方法连续进样5次,每次10 μ L,测定峰面积,计算3种溶液的浓度,其RSD分别为1.57%,2.89%,0.29%。

2.6 稳定性试验:分别于0,2,4,6,12h测定同一胶囊中槲皮素、山柰素、异鼠李素的含量,每次进样10 μ L,其RSD分别为0.33%,3.68%,0.54%。

2.7 回收率试验:精密称取银杏叶缓释胶囊两份,其中一份按含量测定方法测定其中黄酮醇苷元的含量,另一份定量加入槲皮素、山柰素、异鼠李素对照品,混匀,按含量测定方法测定各自含量,计算回收率。结果平均回收率分别为100.40%,97.55%,101.06%,RSD分别为1.01%,2.23%,2.09% ($n=5$)

2.8 样品测定:分别精密吸取上述3种对照品溶液与供试品溶液各10 μ L,注入液相色谱仪,测定,计算3种黄酮苷元的含量,以下式换算成总黄酮的含量。测定结果见表1

总黄酮醇苷含量 = (槲皮素含量+ 山柰素含量+ 异鼠李素含量) × 2.51

3 讨论

3.1 参照《中华人民共和国药典》及大量文献^[3],用十八烷基键合硅胶为填充剂,分别配制甲醇-

表 1 银杏叶缓释胶囊中总黄酮含量测定结果 ($n=2$)

Table 1 Content of total flavone in Ginkgo Sustained-release Capsule ($n=2$)

批号	总黄酮含量 /mg
010306	28.94
010307	29.62
010308	30.14

0.4% 磷酸水溶液不同比例的流动相。以5:5比例的出峰时间为29min,随着甲醇比例的增加,出峰时间缩短,在7:3比例时出峰时间大约为7min,但在此条件下样品中各种成分不能有效分离。在6:4比例时,样品中各种成分能有效分离,故流动相选择甲醇-0.4%磷酸水溶液(60:40)。

3.2 同一样品在不同超声时间、不同回流时间测定各成分峰面积,结果超声提取时间为20min,水解时间为30min较好。

References

[1] Lian F Y, Yang G F, Fu C S. Studies on active composition, pharmacology and clinical application of *Ginkgo biloba* [J]. *Shandong J Pharm* (山东医药工业), 1999, 18(4): 14-15.

[2] Qian T X, Yang S L, Xu L Z. Research development of *Ginkgo biloba* [J]. *World Phytomed* (国外医药·植物药分册), 1997, 12(4): 157-163.

[3] Lei T Q, Ye X L, Xiang L H, et al. Study on the determining method on ginkgo-flavone in *Ginkgo biloba* [J]. *Chin J Pharm* (中国医药工业杂志), 2002, 33(2): 70-72.

HPLC法测定咳喘平口服液中麻黄碱的含量

谢 辉¹,狄留庆²,毛春芹^{1*}

(1. 南京中医药大学,江苏 南京 210029; 2. 江苏省海洋药物研究开发中心,江苏 南京 210029)

咳喘平口服液系根据江苏省中医院儿科名老中医的经验方生产加工制成,处方中含有麻黄、半夏、鱼腥草、白果、地龙等多味中药,临床治疗小儿热哮喘证疗效确切。麻黄系方中君药,测定其有效成分麻黄碱的含量对咳喘平口服液的质量控制有重要意义。文献报道的麻黄碱含量测定方法有薄层扫描法、气相色谱法、高效液相色谱法^[1]等,根据现有条件及HPLC法具有简便、灵敏、专属性强等优点,本实验对HPLC法测定制剂中麻黄碱的含量进行了研究。

1 仪器及材料

Waters高效液相色谱仪,薄层色谱硅胶 G(青

岛海洋化工集团公司),咳喘平口服液(本校药剂教研室提供),盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所),乙腈(HPLC,江苏淮阴塑料制品厂化工研究所),其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验:色谱柱为Waters Nova-Pak C₁₈柱(4 μ m, 3.9mm×150mm),流动相为乙腈-水(40:60,每1000mL含磷酸二氢钾3.4g及十二烷基硫酸钠1.7g),检测波长为210nm;柱温为25℃,流量为1.0mL/min。理论塔板数按麻黄碱计算不低于6000。

* 收稿日期: 2003-04-03
作者简介: 谢 辉 (1970-),女,江苏南京市人,硕士,讲师,主要研究方向: 中药制剂。Tel (025) 86798159

2.2 供试品溶液及阴性对照的制备: 参照文献方法^[1]进行提取。精密吸取咳喘平口服液 5 mL, 加 0.5 mol/L 盐酸溶液 0.1 mL 和氯化钠 0.1 g, 振摇使溶解。依次用乙醚 10, 5, 5, 5, 5 mL 萃取, 将乙醚层合并后, 用蒸馏水 3 mL 洗涤, 洗涤液与水层合并, 加浓氨水 2 mL 使呈碱性, 依次用氯仿 10, 5, 5, 5, 5 mL 萃取, 合并氯仿液, 旋转蒸发至干, 残渣用甲醇溶解并加至 10 mL。精密吸取 0.5 mL, 用流动相稀释至 25 mL, 即得。同法制备缺麻黄阴性对照溶液。

2.3 线性关系考察: 精密称取盐酸麻黄碱对照品 9.4 mg, 用甲醇溶解并加至 10 mL, 作为储备液。精密吸取储备液 100 μ L, 用流动相稀释至 5 mL, 作为对照品溶液。精密吸取对照品溶液 0.5, 1, 5, 10, 15 μ L 进样, 按上述色谱条件测定峰面积。以盐酸麻黄碱进样量对峰面积绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 1173.47X - 1495.89$, $r = 0.9997$, 麻黄碱进样量在 9.4~282.0 ng 与峰面积呈现良好的线性关系。

2.4 稳定性试验: 精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液 3 μ L, 分别于 0, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 30.0 h 进样, 测定峰面积。结果盐酸麻黄碱在 30.0 h 内峰面积值保持稳定, RSD 为 1.23%。

2.5 精密度试验: 精密吸取盐酸麻黄碱对照品 3 μ L 及供试品溶液 10 μ L 进样, 分别重复进样 5 次, 计算盐酸麻黄碱含量, 结果其 RSD 分别为 1.01%, 1.20%。

2.6 重现性试验: 精密吸取咳喘平口服液 5 mL, 共 6 份, 依法制备供试品溶液, 定容至 10 mL, 精密吸取 0.5 mL, 稀释至 25 mL, 吸取 10 μ L 进样, 测定盐酸麻黄碱峰面积, 结果其 RSD 为 1.51%。

2.7 加样回收率试验: 精密吸取已知含量的咳喘平口服液 4.5 mL (含盐酸麻黄碱约 1.878 mg) 共 5 份, 分别加入盐酸麻黄碱对照品 1.41 mg (取储备液 1.5 mL, 低温挥尽溶剂), 均按供试品溶液的制备方法操作, 定容至 10 mL, 精密吸取 50 μ L, 定容至 2 mL, 吸取 5 μ L 进样, 测定盐酸麻黄碱的含量, 计算加样回收率, 结果平均回收率为 96.73%, RSD 为 2.27% ($n = 5$)。

2.8 样品中麻黄碱的含量测定: 取咳喘平口服液,

按以上方法测定, 根据标准曲线计算样品中麻黄碱的含量, 结果见表 1。色谱图见图 1。

表 1 咳喘平口服液中麻黄碱含量的测定 ($n = 3$)

批号	麻黄碱 / (mg $\cdot$ mL ⁻¹)	RSD / %
000104	0.424 1	1.62
000204	0.417 3	1.75
001003	0.357 6	2.88

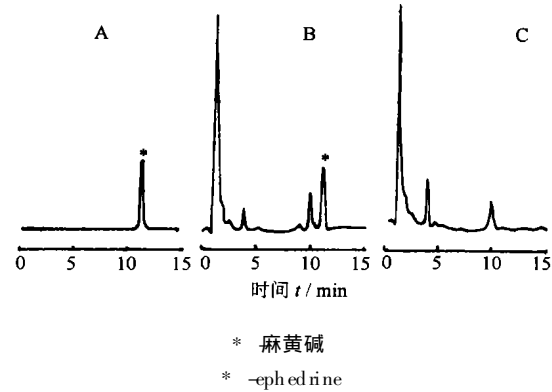


图 1 麻黄碱对照品 (A)、咳喘平口服液 (B) 和阴性对照 (C) 的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of ephedrine (A), Antiasthmatic Oral Liquid (B), and negative sample (C)

3 讨论

麻黄系方中君药, 测定其有效成分麻黄碱的含量对咳喘平口服液的质量控制有重要意义。试验中对多种流动相进行了筛选, 包括 0.01 mol/L 磷酸二氢钾-甲醇 (95:5)、0.01 mol/L 磷酸二氢钾-甲醇 (85:15)、乙腈-水 (1:1, 每 1 000 mL 含磷酸二氢钾 3.4 g 及十二烷基硫酸钠 1.7 g) 等, 最终确定在实验所述色谱条件下麻黄碱与样品中其他组份达到基线分离, 并且缺麻黄阴性对照色谱中无干扰峰出现。实验结果表明, 采用 HPLC 法测定咳喘平口服液中麻黄碱的含量, 灵敏度高、专属性强、标准曲线线性范围宽、回收率稳定, 因而是完全可行的。

References

[1] Liang H X, Yu R X, Yang Q H, et al. Determination of ephedrine, pseudoephedrine and strychnine in Jufen San by HPLC [J]. Acta Pharm Sin (药学报), 1990, 25(11): 849-853.

声 明

为适应我国信息化建设需要, 扩大作者学术交流渠道, 本刊已加入《中国学术期刊 (光盘版)》和“中国期刊网”。如作者不同意将文章编入光盘及网络数据库, 请在来稿时声明, 本刊将作适当处理。本刊所付稿酬包含刊物内容编入数据库服务报酬, 不再另付。