

斗中。另取蛇床子素对照品 6.51 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度。精密吸取上述溶液 1.0, 1.2, 1.4, 1.6, 1.8, 2.0 mL, 分别加入到供试品溶液中, 按 2.3 项下方法制备并按上述色谱条件进行测定, 结果平均回收率为 98.76%, RSD 为 1.67% ($n=6$)。

2.11 样品测定: 精密吸取供试品溶液 20 μ L, 按上述色谱条件测定, 测定结果见表 1。

3 讨论

3.1 蛇床子素极性较小, 易溶于乙醚, 故用乙醚萃取。选择 5% 氨水洗涤能除去部分脂溶性杂质。

表 1 肤阴净洗液中蛇床子素的含量 ($n=5$)

Table 1 Cnidadiin in Fuyinjing Lotion ($n=5$)

批 号	蛇床子素含量/ $[\text{mg} \cdot (100 \text{ mL})^{-1}]$	RSD/%
1	6.87	1.34
2	6.95	1.51
3	6.74	1.22

3.2 曾试验了几种不同的流动相系统, 在本实验所确定的色谱条件下, 蛇床子素与其他组份能达到基线分离, 理论板数按蛇床子素计大于 3 000。

Reference:

- [1] Chen D D, Zhao J. The analysis of coumarins in Shechuangzi [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1987, 7(2): 112-113.

复方利咽宁口服液中绿原酸含量的 HPLC 测定及稳定性研究

孙晓菊¹, 刘学兰^{2*}

(1. 华中科技大学同济医学院附属梨园医院 药剂科, 湖北 武汉 430071;

2. 武汉市红十字会医院 药剂科, 湖北 武汉 430012)

复方利咽宁口服液是本院协定处方, 由金银花、贯众、枇杷叶、板蓝根、桔梗等 12 味中药组成, 具有清热解毒、凉血利咽、止咳化痰之功效, 临床上主要用于上呼吸道感染、风热咳嗽等症, 经过长期使用, 疗效显著。方中金银花为主药, 具有解毒、杀菌、抗炎的功效, 其中绿原酸为有效成分。本实验采用 HPLC 法测定绿原酸的含量, 操作简便, 测定灵敏度、准确度均较好。

1 材料

美国 Water HPLC 系统 (484 紫外检测器, 510 泵, U 6K 进样器, 680 梯度控制器, 745 数据处理机), 瑞士 AE—240 电子分析天平, 瑞士 654 pH 计, Millipo—Q 超净水制备器, CQ 50 超声波清洗器, YWH 振荡器。

复方利咽宁口服液 (本院中药制剂室), 绿原酸对照品 (中国药品生物制品检定所), 乙腈为优级纯, 甲醇、冰醋酸为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Nova-Pak C₁₈ (100 mm $\times$ 3.9 mm, 4 μ m); 流动相: 乙腈-1% 醋酸 (9:1); 检测波长: 326 nm; 流速: 0.8 mL/min; 灵敏度: 0.04 AUFS; 柱温: 室温。在上述色谱条件下绿原酸保留时间约为 8.15 min, 与其他杂质峰得到分离。

2.2 供试品溶液的制备: 取复方利咽宁口服液 0.1 mL, 注入用 10% 甲醇溶液活化的 Sep-Pak C₁₈ 小柱, 用 50% 甲醇以 1 滴/s 的速度推出, 定容于 2 mL 量瓶中, 即得。

2.3 标准曲线的制备: 精密称定绿原酸对照品 8.29 mg, 置于 5 mL 量瓶中, 加 20% 甲醇至刻度, 得对照品储备溶液。精密吸取对照品储备溶液 0.1 mL, 置于 25 mL 量瓶中, 加 20% 甲醇至刻度, 吸取不同量对照品溶液进样, 按前述 HPLC 条件进行测定, 以绿原酸的量对峰面积作回归计算, 得回归方程: $Y = 2.0635 + 0.0009X$, $r = 0.9997$; 线性范围为 13.325~93.154 ng。

2.4 精密度试验: 同一供试品溶液, 重复进样 3 次, 每次 5 μ L, 测定吸收峰面积。结果绿原酸峰面积 RDS 为 1.15% ($n=3$)。

2.5 稳定性试验: 同一供试品溶液, 每隔 1 h 进样 5 μ L, 依法测定绿原酸吸收峰面积值, 结果其 RDS 为 1.47% ($n=18$)。结果供试品溶液在 17 h 内稳定。

2.6 重现性试验: 精密量取批号为 20010312 的复方利咽宁口服液 5 份, 照供试品溶液制备方法操作, 进样, 测定绿原酸吸收峰面积值。结果绿原酸峰面积 RDS 为 1.64% ($n=5$)。

2.7 加样回收试验: 取含绿原酸 22.97 ng 的供试

品溶液,加入绿原酸对照品约 24.6 ng,按 2.2 项下方法操作,进样 5 μL 测定,结果平均回收率为 99.7%,RSD 为 1.12% ($n=5$)。

2.8 样品含量测定:按 2.2 项下方法操作,结果见表 1。

表 1 复方利咽宁口服液中绿原酸含量 ($n=5$)

Table 1 Content of chlorogenic acid in Compound Liyanning Oral Liquid ($n=5$)

批号	绿原酸含量/(ng·mL ⁻¹)	RSD/%
20010124	0.312	2.01
20010312	0.326	1.76
20010425	0.341	0.87
20010608	0.309	1.26
20010821	0.324	0.97

2.9 长期稳定性考察:采用留样室温观察法。取批号为 20010425 的复方利咽宁口服液,置室温下保存 0, 3, 6, 9, 12, 15, 18 个月,分别取样测定,结果和 pH 值测定结果见表 2。

表 2 稳定性测定结果 ($n=5$)

Table 2 Result of stability ($n=5$)

时间/月	绿原酸含量/(ng·mL ⁻¹)	pH
0	0.342	5.63
3	0.340	5.67
6	0.336	5.73
9	0.331	5.65
12	0.330	5.74
15	0.327	5.69
18	0.314	5.69

3 讨论

在实验中,采用甲醇-醋酸-水、甲醇-乙腈-醋酸-水不同比例分离,但效果不佳,以乙腈-1% 醋酸(9:1)做流动相,分离效果很好。

复方利咽宁口服液在室温条件下存放 1.5 年,绿原酸含量有所下降,但仍在质量控制标准内,故可以认为复方利咽宁口服液在 1.5 年内性质基本符合质量要求。

分光光度法测定茶多酚注射剂中茶多酚的含量

杨美燕,李楠*,邢国秀,郭永学,宫为民*

(大连理工大学化工学院,辽宁 大连 116012)

茶多酚(tea polyphenols)是茶叶中含有的多酚类物质的总称,因其分子结构中含有较多的还原性酚羟基而具有很强的清除体内自由基的功能。将茶多酚研制成静脉注射剂,在抢救心脑血管危重病症方面有重要意义。茶多酚含量测定方法有多种,如酒石酸亚铁分光光度法^[1]。采用 Al^{3+} 作为络合离子的分光光度法针对注射剂进行分析,目前国内尚未见报道。本实验采用的方法基于注射剂中的茶多酚和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 发生亚硝酰化络合,络合产物在碱性条件下显橙红色,在一定浓度范围内,吸光度和茶多酚浓度呈线性关系,从而可以进行定量测定。

1 仪器与试剂

722 光栅分光光度计(上海第三分析仪器厂);儿茶素对照品(供含量测定用,中国药品生物制品检定所提供,批号:877-20001);茶多酚注射剂由本课题组自制,为高纯度茶多酚经助溶剂助溶而成的澄清透明溶液,标示量为 25 mg/mL;水为去离子水,

试剂均为分析纯。

2 实验方法

2.1 儿茶素对照品溶液的制备:取儿茶素对照品 21.0 mg,用少量无水乙醇溶解并稀释至 50 mL,得 0.42 mg/mL 儿茶素对照品溶液,备用。

2.2 供试品溶液的制备:取 0.25 mL 注射剂,置于 25 mL 量瓶中,加水至刻度,备用。

2.3 测定:移取供试品溶液 1 mL 置 10 mL 量瓶中,先加适量 5% NaNO_2 溶液,摇匀,放置 6 min,加适量 10% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 溶液,摇匀,放置 6 min,加适量 4% NaOH 溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在一定波长处,以水为参比测定吸光度。

3 实验结果

3.1 分析条件的选择

3.1.1 吸收波长的选择:以水为参比,在 400~700 nm 波长内测量络合物的吸光度,作络合物吸收曲线。结果在 470~490 nm 波长吸光度变化平缓,波

* 收稿日期:2003-07-14

基金项目:大连市 2002 年科技计划资助项目(2002B4N S044)

作者简介:杨美燕(1979—),女,山东滕州市人,1999 年毕业于山东轻工业学院,现为大连理工大学 2001 级在读硕士,研究方向为天然生物活性物质的分离与分析。Tel: (0411) 84701085 Email: ymzyi@163.com

* 通讯作者 Tel: (0411) 83683309 Email: nanli@mail.dlptt.ln.cn