

3 讨论

3.1 本实验采用 1% 醋酸水溶液为溶剂, 黄连配方颗粒和饮片溶出较好; 采用乙腈-0.05 mol/L 磷酸二氢钾梯度洗脱, 黄连中各成分得到较好分离, HPLC 色谱图效果良好。经方法学考察: 盐酸小檗碱精密度、重复性、稳定性试验良好; 在 4~80 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 与峰面积呈良好线性关系, 方程为 $A = 84\ 917\ C - 59\ 263$, $r = 0.999\ 9$; 平均回收率为 99.6%, RSD 为 1.1% ($n = 3$)。本法可用于黄连饮片及其配方颗粒的质量评价和控制。

3.2 从指纹图看, 3 厂家 9 批配方颗粒与原料饮片、

对照药材在总成分和有效成分方面具有良好的相似性。采用相似度计算法计算, 与平均样品值比较, 共有峰相对保留时间的相似系数 $r = 0.999\ 9$; 共有峰相对峰面积的相似系数 $r = 0.993$ 。平均共有峰总面积在 99% 以上。提示各家黄连配方颗粒的生产工艺基本成熟, 用于生产的原料饮片品种稳定、质量可靠。

3.3 相对于对照药材, 3 个厂家黄连配方颗粒的共有峰总面积和盐酸小檗碱的含量差异较大。提示各厂家有必要按有关规定规范工艺和质量, 研究颗粒与饮片的等效性关系, 合理调整配方颗粒的标示规格, 制定出科学、统一的质量标准。

HPLC 法测定鼻炎灵片中欧前胡素的含量

赵春香¹, 梁英², 王丽娜^{*}

(1. 吉林省药品检验所, 吉林 长春 130062; 2. 吉林省利华制药厂, 吉林 长春 130000)

鼻炎灵片是由苍耳子、黄芩、白芷等 8 味中药经提取加工制成的中药复方制剂。具有透窍消肿、祛风退热之功效, 主要用于慢性鼻窦炎、鼻炎及鼻塞头痛、浊涕臭气、嗅觉失灵等。原质量标准没有含量测定项。本实验采用 HPLC 法对制剂中欧前胡素进行了含量测定。方法简便、快速, 可以有效地控制产品的质量。

1 仪器与试剂

LC—10A Tvp 高效液相色谱仪, SPD—10A vp 紫外检测器, WDL—95 工作站。

欧前胡素(批号: 0826-9502)对照品购自中国药品生物制品检定所, 鼻炎灵片由吉林省博维药业有限公司提供。甲醇为优级纯, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 用 Agilent Zorbax 80A Extend-C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱, 甲醇-0.3% 磷酸溶液(60:40)为流动相, 检测波长为 248 nm。理论塔板数按欧前胡素峰计不得低于 8 000。

2.2 供试品溶液的制备: 取本品 10 片, 除去糖衣后, 精密称定, 研细, 精密称取 0.7 g, 置索氏提取器中, 加甲醇适量, 回流提取 3 h, 提取液蒸干, 残渣加甲醇使溶解, 并转移至 25 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。用微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.3 标准曲线的制备: 精密称取欧前胡素对照品 5.21 mg, 置 25 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻

度, 摇匀, 作为对照品溶液。精密量取 0.1, 0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0 mL, 分别置 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别精密量取 10 μL 注入液相色谱仪, 记录峰面积积分值。以进样量为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程为: $A = 72\ 422\ 776\ C + 94\ 150$, $r = 0.999\ 8$ 。结果表明欧前胡素在 0.008 3~0.25 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 空白试验: 按处方比例及制备工艺配制缺白芷的阴性对照适量, 称取 0.7 g, 按 2.2 项下的方法操作, 并测定, 结果阴性对照无干扰, 见图 1。

2.5 精密度试验: 取同一对照品溶液, 连续进样 5 次, 每次 10 μL , 记录欧前胡素峰面积, 结果峰面积 RSD = 0.4%。

2.6 重现性试验: 取同一批号样品(批号 20021101), 制备供试品溶液, 平行测定 5 份, 得欧前胡素的含量为 23.2 $\mu\text{g}/\text{片}$, RSD 为 2.0%。

2.7 稳定性试验: 取同一对照品溶液, 每隔 24 h 注入液相色谱仪 10 μL , 记录峰面积, 结果欧前胡素峰面积 RSD 为 0.4% ($n = 6$), 结果表明对照品溶液在 5 d 内稳定性良好。

2.8 加样回收试验: 精密称取已知含量的样品适量(批号: 20021101, 含欧前胡素约 44 μg), 置索氏提取器中, 精密加入 0.208 4 mg/mL 欧前胡素对照品

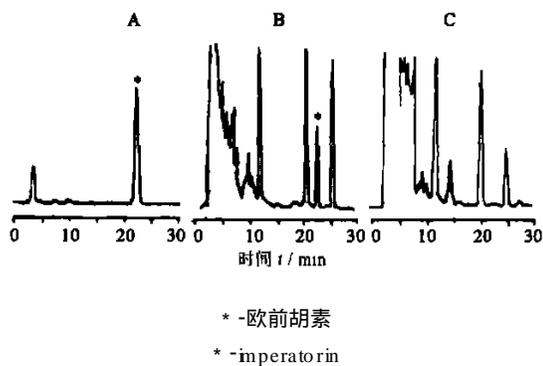


图 1 欧前胡素(A)、鼻炎灵片(B)和阴性对照(C)HPLC 图谱

Fig 1 HPLC chromatograms of imperatorin (A), Biyanling Tablet (B), and negative sample (C)

溶液 0.25 mL, 按 2.2 项下方法操作并测定, 计算加样回收率。结果平均回收率为 100.4%, RSD 为 1.4% (n=6)。

2.9 含量测定: 精密量取欧前胡素对照品溶液 0.5 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作

为对照品溶液。分别精密量取对照品溶液 10 μL、供试品溶液 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定, 按外标法以峰面积计算, 结果见表 1。

表 1 鼻炎灵片中欧前胡素含量测定结果 (n=2)

批号	欧前胡素/(μg·片 ⁻¹)
20021102	23
20021102	29
20021103	25
20020901	26
20020902	23

3 讨论

3.1 制剂中测得的欧前胡素的含量与白芷药材的投入量相符, 说明本方法是可行的, 能有效地控制产品的质量。

3.2 曾采用乙醚提取, 但在相同时间内乙醚提出的欧前胡素的量远远少于甲醇的提出量, 故选择甲醇为提取溶剂。

HPLC 法测定柴胡中柴胡皂苷 a 的含量

孔伶俐, 崔青娟, 史德胜, 伊惠贤*
(天津丹溪国药研究所, 天津 300061)

柴胡为伞形科植物北柴胡 *Bupleurum chinense* DC. 和狭叶柴胡 *B. scorzonerifolium* Willd. 的干燥根。柴胡主要有效成分为挥发油及柴胡皂苷, 尚含微量的黄酮类成分。由于黄酮类成分甚微, 挥发油的成分复杂, 且多变, 均难以测其含量。测定柴胡皂苷的含量是控制柴胡质量的理想方法。

柴胡皂苷有多种, 有活性的主要是柴胡皂苷 a, d。文献报道多采用 HPLC 法直接测定柴胡皂苷 a, d。由于检测波长在 210 nm, 杂质峰干扰十分严重, 因此只有推迟出峰时间, 才能得到较好的分离。实验采用酸性水解开环, 使成共轭体系, 从而使检测波长红移至 254 nm, 杂质峰的干扰很少, 能很好分离, 出峰时间适中, 便于操作, 重复性好。

1 仪器与试剂

HP-2000 高效液相色谱仪, Anastar 色谱工作站。柴胡皂苷 a 对照品(天津药物研究院提供, 纯度为 99.81%), 试剂均为分析纯。柴胡药材分别购于

承德市药材公司、天津市饮片厂、安国市药材公司, 经天津药物研究院魏吉城研究员鉴定为柴胡 *Bupleurum chinense* DC. 的干燥根。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 迪马 C₁₈ 色谱柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相乙腈-水 (43:57), 检测波长 254 nm。理论板数按柴胡皂苷 a 计算不应低于 5 000。

2.2 对照品溶液制备: 精密称取柴胡皂苷 a 10.02 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加 2% 氢氧化钾甲醇溶液, 并稀释至刻度, 摇匀。精密量取 2.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 加 2% 氢氧化钾甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀。再精密量取此溶液 2.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加 4% 盐酸 2 mL, 40 °C 水浴静置 4 h, 再加 2% 氢氧化钾甲醇溶液 4 mL, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 称取柴胡细粉 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 2% 氢氧化钾甲醇溶液 25 mL, 密塞, 称定质量, 加热回流 1 h, 放冷, 再

* 收稿日期: 2003-10-12