

2.8 重现性试验:精密称取同一批号的咳欣康片粉末 6 份,制备供试品溶液,按上述色谱条件进样分析,测定盐酸麻黄碱的峰面积,计算盐酸麻黄碱的质量分数,其 RSD 为 0.986%。

2.9 回收率试验:精密称取已知含量(1.645 mg/g)的咳欣康片粉末,共 6 份,每份 0.75 g,精密加入盐酸麻黄碱对照品 1.23 mg,依供试品溶液的制备方法处理,按上述色谱条件进样分析,测定盐酸麻黄碱的峰面积,计算回收率,结果盐酸麻黄碱的平均回收率为 99.67%,RSD 为 0.95%。

2.10 样品测定:取不同批号的咳欣康片,按上述方法测定,结果见表 1。

表 1 咳欣康片中盐酸麻黄碱的含量 (n= 3)
Table 1 Ephedrine hydrochloride in
Kexinkang Tablet (n= 3)

批 号	盐酸麻黄碱 /(mg·片 ⁻¹)	批 号	盐酸麻黄碱 /(mg·片 ⁻¹)
021006	0.509	030915	0.349
030105	0.501	031001	0.487
030301	0.648	031002	0.493
030302	0.646	031111	0.575
030303	0.655	031112	0.697

3 讨论

咳欣康片是中药复方制剂,成分复杂,干扰多,

分离难,本实验对不同提取方法、不同分离条件进行了优选。在优选提取方法时,曾选用 1% 盐酸溶液提取,浓氨试液碱化,氯仿萃取的方法,结果萃取过程中乳化严重,并且麻黄碱提出率低,选用本试验提取方法,易操作,不乳化,提取回收率高。在优选分离条件时,曾使用乙腈-磷酸-三乙胺-水(2 0.1 0.1 97)、乙腈-0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液(含 0.2% 三乙胺、用磷酸调 pH 值 2.7) (5 100) 作为流动相分离样品溶液,结果样品图谱中麻黄碱分离状态均不佳,使用本试验流动相分离较好,麻黄碱与伪麻黄碱分离度达到 3。

References:

[1] Huang T K. *H andbook of Composition and Pharmacological Action of Commonly-used Traditional Chinese Medicine* (常用中药成分与药理手册) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 1994.
[2] Suo W, Luo L J. Determination of ephedrine in the Kexinkang Tablet by TLCS [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31(8): 593.
[3] Jiang H, Xing H Z. Determination of ephedrine in the Xiaoe Yifei Capsule by GC [J]. *J Gansu Coll Tradit Chin Med* (甘肃中医学院学报), 1996, 3(1): 20.
[4] Zhang P, Li S D, Wang X. Determination of ephedrine in Gankeping Capsule by HPLC [J]. *J Harbin Univ Commerce — Nat Sci Ed* (哈尔滨商业大学学报·自然科学报), 2002, 18(1): 121.

HPLC 法测定通脉口服液中葛根素的含量

同利琪¹,朱长福¹,王国振²,郑玉光^{1*}

(1. 河北医科大学,河北 石家庄 050091; 2. 河北瑞生药业有限公司,河北 石家庄 050035)

通脉口服液是《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 4 册收载的品种,由葛根、丹参、川芎 3 味中药制成。原标准中检验项目少,只有葛根的薄层鉴别,且方法烦琐,无法控制药品质量。葛根素的含量测定方法报道较多。本实验采用 HPLC 法测定葛根素的含量,结果较为满意。

1 仪器与材料

美国 Agilent 1100 高效液相色谱仪,包括四元泵、可变波长 UV 检测器、手动进样系统、Agilent 色谱工作站;数控超声波清洗器(上海)。葛根素对照品购于中国药品生物制品检定所,含量测定用;通脉口服液和阴性试样(自制)。甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: Diamondsil TM C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相: 甲醇-水(25 75);体积流量: 0.7 mL/min;柱温: 室温;检测波长: 250 nm。理论板数按葛根素峰计算应不低于 2 000。
2.2 溶液的制备:精密称取葛根素对照品(60 五氧化二磷减压干燥 10 h)适量,置 50 mL 量瓶中,加 30% 乙醇溶解,并加至刻度,摇匀,即得对照品溶液(0.031 36 mg/mL)。精密量取通脉口服液 1 mL 于 25 mL 量瓶中,用 30% 乙醇加至刻度,摇匀;精密量取 10 mL 置 100 mL 量瓶中,加 30% 乙醇至刻度,摇匀,以 0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得供试品溶液。按供试品溶液制备方法同法制备阴性对照溶液。

* 收稿日期: 2003-12-20

2.3 干扰性考察: 分别吸取供试品液、阴性对照溶液、对照品溶液各 20 μL , 注入液相色谱仪。结果在葛根素峰对应的保留时间处无干扰杂质峰, 见图 1。

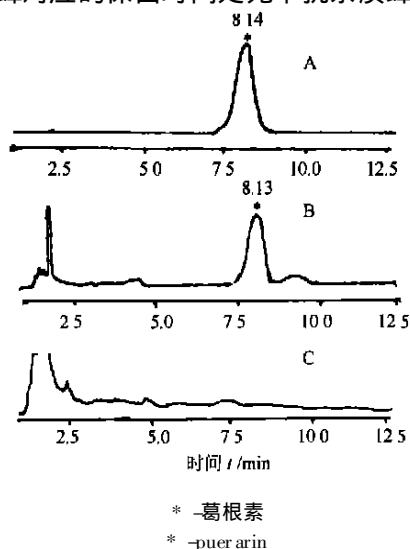


图 1 葛根素对照品(A)、通脉口服液(B)和缺葛根的阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig.1 HPLC chromatograms of puerarin reference substance (A), Tongmai Oral Liquid (B), and negative sample without *Radix Puerariae* (C)

2.4 线性关系的考察: 分别精密吸取葛根素对照品溶液 1、2、3、5、8、10 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加 30% 甲醇至刻度, 摇匀, 各进样 20 μL , 测定峰面积值。以葛根素的质量浓度为横坐标, 峰面积值为纵坐标作图得一直线, 其回归方程为 $Y = 94.207 X + 13.642$, $r = 0.9999$ 。表明葛根素在 0.159 ~ 1.597 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验: 精密吸取供试品溶液 20 μL , 注入高效液相色谱仪, 重复 5 次, 测定峰面积, 结果葛根素峰面积的 RSD 为 0.74%。

2.6 稳定性试验: 精密吸取同一供试品溶液, 分别于 0、2、4、6、8、10 h 测定峰面积, 结果葛根素峰面积的 RSD 为 1.10%。结果表明供试品溶液在 10 h 内基本稳定。

2.7 重现性试验: 取同一批样品(批号: 030705) 5 份, 制备供试品溶液, 测定, 结果葛根素峰面积的 RSD = 0.65%。

2.8 加样回收试验: 精密吸取样品(批号: 030705) 0.5 mL, 共 6 份, 分别精密加入葛根素对照品溶液适量, 按供试品溶液的制备方法操作。精密吸取 20 μL , 注入色谱仪, 依法测定, 结果平均回收率为 100.26%, RSD 为 0.36% ($n = 6$)。

2.9 样品测定结果: 精密吸取对照品溶液和样品供试液各 20 μL 进样, 记录峰面积, 按外标法计算 10 批样品中葛根素含量, 结果分别为 6.86、7.05、7.43、6.96、7.28、7.14、7.09、6.89、7.24、7.17 mg/mL ($n = 2$)。

3 讨论

供试品溶液的制备中使用正丁醇、甲醇、30% 甲醇、30% 乙醇进行定容, 结果以 30% 乙醇直接定容效果最佳。对流动相甲醇-水(25 : 75)、甲醇-1.8% 醋酸溶液(20 : 80)的考察表明, 甲醇-水(25 : 75)效果好, 使葛根素和相邻成分的分离度为 1.93, 葛根素理论板数为 3 285。

四神丸中吴茱萸碱和吴茱萸次碱的 HPLC 分析

甄攀, 白雪梅, 王治宝*

(河北北方学院, 河北 张家口 075000)

四神丸由肉豆蔻、补骨脂、五味子、吴茱萸、大枣组成, 具有温肾暖脾、涩肠止泻的功效。用于命门火衰、脾肾虚寒、五更泄泻或便溏腹痛、腰酸肢冷等病症。吴茱萸是其主要组成部分, 具有温胃止吐、温脾止泻、镇痛、升高体温、轻度影响呼吸与血压的作用^[1]。吴茱萸的主要成分为挥发油和生物碱, 生物碱

包括吴茱萸碱(evodiamine)和吴茱萸次碱(rutaecarpine)等。本实验在参考文献^[2~4]的基础上, 利用甲醇提取吴茱萸碱和吴茱萸次碱, 用 HPLC 法检测, 建立了四神丸中吴茱萸碱和吴茱萸次碱的分析方法。该方法稳定性高、重现性好、操作简单, 是四神丸质量监控较理想的方法。

* 收稿日期: 2004-01-11

作者简介: 甄攀(1965—), 女, 副教授, 硕士, 主要从事中药及天然植物成分研究。

Tel: (0313) 8041654 E-mail: zhenpan8051226@yahoo.com.cn