

加入 2.5 mg/mL 正十四烷内标液 2.0 mL, 用醋酸乙酯溶解, 并定容至 20 mL, 制成 1.5 mg/mL 的样品溶液。

2.5 线性关系考察: 精密称取 1.174 4 mg/mL 橙花叔醇对照品溶液 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL, 分别加入 2.5 mg/mL 正十四烷内标液 2.0 mL, 用醋酸乙酯溶解并定容至 20 mL, 取 1 μ L 进样。以橙花叔醇峰面积与内标峰面积比对进样浓度进行线性回归, 得回归方程: $Y = 0.01275 + 0.002715X$, $r = 0.9998$, 结果表明橙花叔醇在 58.72~587.2 mg/mL 与峰面积比呈良好线性关系。

2.6 精密度试验: 取 1.174 4 mg/mL 橙花叔醇对照品溶液 6 mL, 加入正十四烷内标液 (2.5 mg/mL) 2 mL, 用醋酸乙酯溶解并定容至 20 mL, 取 1 μ L 连续进样 6 次, 测定橙花叔醇与内标物峰面积比值, 其 RSD 为 1.05%。

2.7 重现性试验: 精密称取 30 mg 降香油, 各 6 份, 制备供试品溶液, 依法测定橙花叔醇含质量分数, 其 RSD 为 0.98%。

2.8 稳定性试验: 取供试品溶液在 0、2、4、6、8、12 h 进样 1 μ L, 连续进样 6 次, 以橙花叔醇质量分数计, 其 RSD 为 2.03%。表明样品在配制 12 h 内测定, 稳定性良好。

2.9 加样回收率试验: 精密称取 5 份降香油, 各 15 mg, 分别加入 2.0 mL, 2.5 mg/mL 正十四烷内标液和 3 mL, 1.171 6 mg/mL 橙花叔醇对照品溶液, 制备供试品溶液, 依法测定橙花叔醇的质量浓度, 计算回收率, 结果平均回收率为 100.71%, RSD 为 2.11%。

2.10 样品的测定: 分别称取 5 个批号的降香油适量, 制备供试品溶液, 依法测定橙花叔醇含量, 结果见表 1。

表 1 降香油中橙花叔醇测定结果

Table 1 Determination of nerolidol in *Lignum Dalbergiae Odoriferae* oil

批号	橙花叔醇/(mg · g ⁻¹)
030307	265.4
030325	266.3
030412	258.6
030510	251.5
030517	265.5

3 讨论

本实验建立毛细管气相色谱测定法, 具有精密度高、重现性和稳定性好等优点, 可作为降香质量控制的方法之一。

Reference:

[1] Ch P (中国药典), Vol 1. 2000.

HPLC 法测定湿疹喷雾剂中丹皮酚的含量

赵碧清, 何群, 张春桃, 陈爱军

(湖南中医学院药学院, 湖南长沙 410004)

湿疹喷雾剂由汤剂改剂型制得, 处方来源于湖南中医学院著名皮肤科专家欧阳恒教授几十年治疗慢性湿疹的外用经验方。原方由徐长卿、黄柏、苦参、黄芩等 8 味中药制成, 其中, 徐长卿为君药。对于该制剂的含量测定已有报道, 主要有紫外分光光度法^[1]。本实验采用 HPLC 法测定该制剂中丹皮酚的含量, 该法准确、灵敏、简便、快速、重现性好, 为该制剂的质量控制提供了快速、准确的测定方法。

1 仪器与材料

Waters 高效液相色谱仪, Waters 2487 型紫外

检测器 (Waters 公司); UV 2450 型紫外可见分光光度计 (日本岛津)。

丹皮酚对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 0708-9003), 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其他试剂均为分析纯。湿疹喷雾剂 (自制)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Phenomenex C₁₈ 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 甲醇-水 (60:40); 检测波长: 274 nm; 体积流量: 1.0 mL/min; 柱温: 30 $^{\circ}$ C。理论塔板数按丹皮酚峰计算, 应不得低于 5 000。

收稿日期: 2004-06-04

作者简介: 赵碧清 (1972—), 女, 湖南常德人, 讲师, 硕士, 1996 年获中国药科大学药物分析专业学士学位, 2003 年获湖南中医学院中药药剂专业硕士学位, 研究方向为中药新药制备工艺与质量标准。

Tel: (0731) 5570574 Fax: (0731) 5580214 E-mail: qingerhn@yahoo.com.cn

在上述色谱条件下丹皮酚对照品、湿疹喷雾剂样品、湿疹喷雾剂阴性对照的色谱图见图 1。

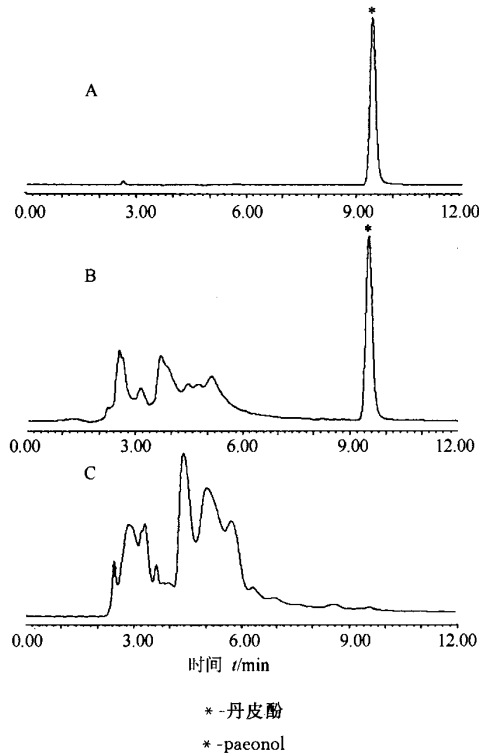


图 1 丹皮酚对照品(A)、湿疹喷雾剂(B)、阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of paeonol reference substance (A), Eczema Spray (B), and negative reference substance (C)

2.2 溶液的制备:精密称取干燥至恒重的丹皮酚对照品 10.0 mg,置 100 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,作为储备液。精密量取 2.0 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得丹皮酚对照品溶液。精密量取本样品 3.0 mL,置 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释并加至刻度。精密量取此稀释液 2.0 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,滤过,即得供试品溶液。同法制得缺徐长卿的阴性对照溶液。

2.3 线性关系考察:精密量取丹皮酚对照品溶液 0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇适量并稀释至刻度,摇匀。按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积积分值为纵坐标、丹皮酚量为横坐标绘制标准曲线,计算得回归方程: $A=4.71 \times 10^3 C -$

1.39×10^3 , $r=0.9996$,表明丹皮酚在 40~200 μg 与峰面积的线性关系良好。

2.4 精密度试验:取 20 $\mu\text{g/mL}$ 丹皮酚对照品溶液 5 μL ,重复进样 5 次,测定峰面积值,计算得丹皮酚峰面积 RSD 为 1.19%。

2.5 稳定性试验:取同一供试液,于 0、4、8、12、24 h 分别进样 5 μL ,按样品项下测定其峰面积积分值,结果丹皮酚峰面积 RSD 为 1.12% ($n=5$)。结果表明,样品溶液在 24 h 内测定结果稳定。

2.6 重现性试验:精密称取同一批号样品,共 5 份,制备供试品溶液,测定,得丹皮酚的质量浓度为 224.3 $\mu\text{g/mL}$,RSD 为 1.34% ($n=5$)。

2.7 加样回收率试验:精密称取批号为 030428 的样品液 2 mL,分别加 200 $\mu\text{g/mL}$ 丹皮酚对照品溶液 1.8、2.2、2.6 mL,用甲醇定容至 10 mL,再精密称取 2 mL,用甲醇定容至 10 mL,滤过,测定,结果平均回收率为 100.2%,RSD 为 0.67%。

2.8 样品测定:取不同批号的湿疹喷雾剂,分别按供试液制备方法制备。另取丹皮酚对照品溶液,分别精密量取 5 μL 注入色谱仪中,按峰面积外标法计算,结果见表 1。

表 1 湿疹喷雾剂中丹皮酚的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of paeonol in Eczema Spray ($n=3$)		
批 号	丹皮酚/($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)	RSD/%
030428	0.224 3	1.25
030429	0.230 5	1.03
030430	0.227 1	1.58

3 讨论

本实验采用 HPLC 法直接测得湿疹喷雾剂中丹皮酚的含量,方法简便、准确,可作为该样品的含量控制方法。

由于样品中含有一些极性小的物质,在样品测定时不易从色谱柱上洗脱,连续进样易造成丹皮酚位置附近有杂质干扰,影响其分离效果。因此需要经常用甲醇对色谱柱进行冲洗,以除去弱极性物质,以保证样品的重现性和色谱柱的分离性能。

References:

[1] He Q, Guo G H, Guo Y, *et al.* Studies on extraction process for preparation of Eczema Spray [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2001, 32(6): 503-506.