

备脂质体,结果见表 2。以茶多酚包封率为指标,进行直观分析,包封率的影响因素大小为  $B > A > C$ , 最优搭配为  $A_1B_1C_2$ ,故确定最优处方为磷脂 500 mg,胆固醇 400 mg,缓冲液 pH 值为 6.0,茶多酚 112.5 mg。

表 2  $L_9(3^4)$  正交试验结果

Table 2 Results of  $L_9(3^4)$  orthogonal test

试验号	A	B	C	包封率/%
1	1	1	1	59.72
2	1	2	2	28.95
3	1	3	3	9.87
4	2	1	2	57.46
5	2	2	3	9.54
6	2	3	1	11.22
7	3	1	3	37.59
8	3	2	1	10.56
9	3	3	2	8.37
$K_1$	32.847	51.590	27.167	
$K_2$	26.073	16.350	31.593	
$K_3$	18.840	9.820	19.000	
R	14.007	41.770	12.593	

2.3 验证试验:按优选处方,制备 3 批脂质体,茶多酚包封率分别为 64.84%、65.31%和 65.22%。

### 3 结论

本实验采用高纯度大豆卵磷脂和胆固醇为包封

材料,采用薄膜法制得茶多酚脂质体,方法简单、可行。通过预试验和正交试验,确定薄膜法制备茶多酚脂质体制备的最优处方磷脂 500 mg,胆固醇 400 mg,缓冲液 pH 值为 6.0,茶多酚 112.5 mg,所得茶多酚脂质体的包封率大于 60%。

### References:

- [1] Liu S X. *Food Additives* (食品添加剂) [M]. Beijing: China Petrochemical Press, 2001.
- [2] Gong C S. Extraction and application of tea polyphenol [J]. *Mod Chem Eng* (现代化工), 1999, 19 (3): 14-16.
- [3] Zhu Y W. Production and application of tea polyphenol [J]. *Mod Chem Eng* (现代化工), 1999, 19 (11): 31-33.
- [4] Jia Z S. Anti-oxidation and application of tea polyphenol [J]. *Food Sci* (食品科学), 1990, 19 (11): 1-5.
- [5] Lee M J. Analysis of plasma and urinary tea polyphenols in human subjects [J]. *Cancer Epidemiol*, 1995 (Biomarkers Prev. 4): 393-399.
- [6] Chow H H S. Phase I pharmacokinetic study of tea polyphenols following single dose administration of epigallocatechin gallate and polyphenol E [J]. *Cancer Epidemiol*, 2001 (Biomarkers Prev. 10): 53-58.
- [7] Lambert J D. Cancer chemopreventive activity and bioavailability of tea and tea polyphenols [J]. *Mutat Res*, 2003, 523/524: 201-208.
- [8] Chen J M. Development of liposome as medicine carrier [J]. *J Pharm Pract* (药学实践杂志), 2001, 19 (4): 214-218.

## HPLC 法测定急咳停颗粒中麻黄碱和伪麻黄碱

严方, 赵陆华\*, 卞祖薇

(中国药科大学 分析中心, 江苏 南京 210009)

急咳停颗粒为中药复方制剂,由黄芩、柴胡、蜜炙麻黄等 10 多味中药经特殊工艺加适量赋形剂研制而成,具有疏风清热、宣肺降气的功能,用于急性支气管炎等症的治疗。为了较全面控制制剂质量,除方中君药有定量指标外,本实验旨在再增加一味药的含量测定指标,麻黄为方中佐药,具有一定的功效,麻黄碱和伪麻黄碱为其主要有效成分,因此选为测定成分。因本品药味多,成分复杂,干扰较严重,若按文献报道的 HPLC 方法<sup>[1~3]</sup>,提取和测定两成分分离不理想。另由于本品为蜜炙麻黄入药,文献报道<sup>[4]</sup>,炮制品生物碱量下降 26.62%,给测定造成困难。经色谱优化,样品处理方法考察,本实验建立

HPLC 法同时测定了该制剂中麻黄碱和伪麻黄碱,方法专属性强,灵敏度高,重现性好,可作为本品质量控制指标。

### 1 仪器与试剂

岛津 LC—10ADvp 泵,SPD—10ADvp 紫外检测器,N-2000 双通道色谱工作站;盐酸麻黄碱和盐酸伪麻黄碱对照品均购自中国药品生物制品检定所;急咳停颗粒剂由中国中医研究院实验厂提供;乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:Hypersil  $C_{18}$ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5  $\mu$ m)(大连依利特仪器公司);流动相:

收稿日期:2004-09-17

作者简介:严方(1980—),女,河南人,中国药科大学分析测试中心硕士研究生,从事中药分析研究。Tel: (025) 83271185

\* 通讯作者 赵陆华 Tel: (025) 83271560 E-mail: zhaoluhua@hotmail.com



应,使两成分分离良好,峰形较对称。

3.3 提取方法的选择:麻黄碱和伪麻黄碱均具有挥发性,溶于乙醇、乙醚等有机溶剂,能溶于水。用氯仿提取,提取效率不稳定;用醋酸乙酯提取,杂质较多,色谱峰不能达到基线分离;采用蒸馏提取的方法,杂质少,方法具有良好的专属性和重现性。

References:

[1] Deng K Y, Yao L J, Wang B L, et al. Determination of (+)-pseudoephedrine and (-)-ephedrine in Keting Syrup by RP-HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35 (7):

765-766.

[2] Gan Y Q. Identification and determination of ephedrine in Sanshechuanbei Syrup [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1999, 30 (7): 508-509.

[3] Makoto I, Manabu U, Kazuhiko I, et al. HPLC determination of (+)-pseudoephedrine and (-)-ephedrine in Japanese herbal medicines containing Ephedra herb using solid-phase extraction [J]. *Chem Pharm Bull*, 2003, 51 (6): 635-639.

[4] Li G Z, Gong Q F, Zhu X H. Study on concentration of alkaloids in *Ephedra* herb before processing and after processing [J]. *J Jiangxi Coll Tradit Chin Med* (江西中医学院学报), 1996, 8 (4): 36.

## HPLC 法测定独活寄生颗粒中蛇床子素

郑小平<sup>1</sup>, 孙小容<sup>2</sup>

(1. 重庆市药品检验所, 重庆 400015; 2. 太极集团有限公司, 重庆 400015)

独活寄生颗粒由独活、桑寄生、秦艽、防风、细辛、当归、白芍、川芎、熟地黄、党参、杜仲(盐炙)、川牛膝、茯苓、甘草组成,能养血舒筋、祛风除湿,用于风寒湿痹、腰膝冷痛、屈伸不利症,对风寒湿痹有较好的疗效。独活为方中君药,蛇床子素是其主要有效成分。蛇床子素具有镇静、镇痛、扩张血管的作用<sup>[1~3]</sup>。故本实验建立 HPLC 法测定独活寄生颗粒中的蛇床子素量。

### 1 仪器与试剂

HP-1100 高效液相色谱仪,四元梯度泵,HP 化学工作站,超声波清洗仪。甲醇为色谱纯,水为超纯水,蛇床子素对照品(中国药品生物制品检定所,批号 0822-200204),独活寄生颗粒(重庆希尔安药业有限公司)。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:Shimpack CLC-ODS (200 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-水(52:48);体积流量:1 mL/min;检测波长:322 nm;柱温:35 ℃。理论板数以蛇床子素峰计算不低于 5 000。

#### 2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备:精密称取蛇床子素对照品适量,加 50% 甲醇溶解,使对照品溶液的质量浓度为 20 μg/mL。

2.2.2 供试品溶液的制备:取本品适量,研细,取 2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50% 甲醇 25 mL,称定质量,超声 30 min,放冷,用 50% 甲醇补

足减失质量,摇匀,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,弃去初滤液,取续滤液,即得。

2.2.3 阴性对照溶液的制备:按处方制备不含独活药材的样品,同法制成阴性对照溶液,即得。

2.3 方法可行性考察:取对照品溶液、阴性对照溶液、供试品溶液,在上述色谱条件下进样 10 μL,结果见图 1。可知阴性对照对蛇床子素测定无干扰。

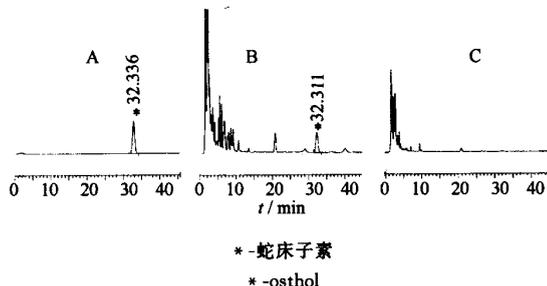


图 1 蛇床子素对照品(A)、独活寄生颗粒(B)和缺独活的阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of osthol reference substance (A), Duhuo Jisheng Granula (B), and negative sample (C)

2.4 线性关系的考察:精密吸取蛇床子素对照品溶液,各进样 1、2、4、8、12、16、20 μL,测定峰面积。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,得回归方程:  $Y = 1\ 195.9 X + 0.363\ 3$ ,  $r = 0.999\ 9$ ,线性范围: 0.025 2~0.504 8 μg。

2.5 精密度试验:精密吸取蛇床子素对照品溶液按上述条件重复进样 5 次,测定峰面积,计算,结果蛇