

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¹, 孙小容²

(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^[1~3]。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。

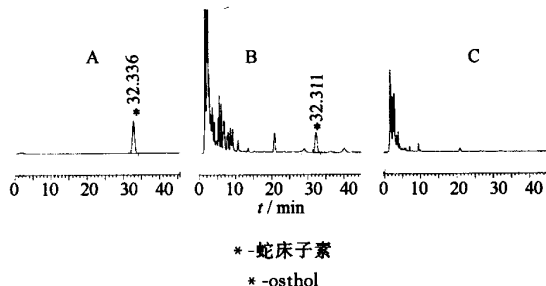


图 1 蛇床子素对照品(A)、独活寄生颗粒(B)和缺独活的阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of osthole 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

床子素峰面积的RSD为0.87%。

2.6 重现性试验:取同一样品,按供试品溶液制备方法制备5份供试品溶液,各取10 μ L进样,计算蛇床子素的质量分数,结果其RSD为1.12%。

2.7 稳定性试验:取供试品溶液按上述条件分析在0、1、2、4、8、12、24 h进样,测定峰面积,计算得其RSD为1.25%。表明供试品溶液在24 h内基本稳定。

2.8 回收率试验:分别精密称取含蛇床子素0.314 mg/g的独活寄生颗粒6份,各约1.0 g,精密加入0.1013 mg/mL蛇床子素对照品溶液3 mL,制备供试品溶液,进行测定,计算其平均回收率为99.17%,RSD为1.8%。

2.9 样品测定:按供试品溶液制备项下方法制备3批样品溶液。取10 μ L进样,测定,结果见表1。

3 讨论

3.1 流动相经多种比例选择,甲醇-水(52:48)能消除干扰,使样品中蛇床子素分离度好,峰形尖锐,较对称,不拖尾。

表1 独活寄生颗粒中蛇床子素的测定结果($n=3$)

Table 1 Osthol in Duhuo Jisheng Granula ($n=3$)

批号	蛇床子素/(mg·g ⁻¹)
030401	0.314
030402	0.321
030403	0.311

3.2 经加样回收试验及精密度试验,认为HPLC法不经分离,直接测定其中的蛇床子素的质量分数,方法简便快速,结果可靠,可作为独活寄生颗粒的质量控制方法。

References:

- [1] Xu S B. Effects of osthol on the electro-physiological activity of isolated cardiac muscle of guinea pig [J]. *J Sun Yat-sen Univ* (中山大学学报), 1990, 29 (2): 135.
- [2] Li L, Zhuang F E, Zhao G S. Calcium-antagonistic effect of osthol on isolated rabbit aortic strips [J]. *Chin Pharmacol Bull* (中国药理学通报), 1992, 8 (3): 137.
- [3] Lian Q S, Hu X, Shuang G Z, et al. Effect of osthol on sedation [J]. *Tradit Chin Drug Res Clin Pharmacol* (中国新药与临床药理), 2000, 11 (4): 244.

HPLC法测定伤筋正骨酊中樟脑

高玉琼^{1,3}, 王思源², 赵德刚¹, 刘建华³, 刘文炜³

(1. 贵州省农业生物工程重点实验室, 贵州大学, 贵州 贵阳 550025; 2. 贵州神奇盛世制药有限公司, 贵州 贵阳 550002; 3. 贵州省生物技术研究开发基地, 贵州 贵阳 550002)

伤筋正骨酊由当归、两面针、木香、桂枝、薄荷脑、樟脑和冰片等31味药材制备而得。具有消肿镇痛之功效, 外用于跌打扭伤及骨折、脱臼等病症。《中华人民共和国卫生部药品标准》(试行)[WS-10899(ZD-0899)-2002]中, 定量指标采用的是总挥发油, 但该方法专属性不强。本品挥发油中, 主要成分为薄荷脑、樟脑和冰片。该3种成分以及桂皮醛进行预试验, 效果最佳的是樟脑, 故本实验选用樟脑作为该药的定量检测指标。进行HPLC测定。

1 试剂与仪器

甲醇为色谱纯试剂, 氯仿、冰醋酸为分析纯试剂, 樟脑对照品(中国药品生物制品检定所), 伤筋正骨酊由贵州神奇盛世制药有限公司提供。

日本岛津LC-10ATvp高效液相色谱仪, SPD-10Avp/10AVvp紫外-可见检测器, CTO—

10ASvp柱温箱, 威玛龙色谱工作站(南宁市威玛龙色谱科技有限公司)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:精密称取樟脑对照品适量, 加甲醇制成7.5 mg/mL的溶液, 即得。

2.2 供试品溶液制备:取本品10 mL经微孔滤膜(0.45 μ m)滤过, 即得。

2.3 色谱条件:色谱柱:Kromasil C₁₈柱(200 mm×4.6 mm, 5 μ m);流动相:氯仿-甲醇-水(14:52:30, 用冰醋酸调pH 3.0);体积流量:1 mL/min;柱温:50 $^{\circ}$ C;检测波长:289 nm。

2.4 线性关系考察:精密量取不同质量浓度的樟脑对照品溶液(2.506、5.008、7.510、10.012、12.506 mg/mL)10 μ L注入液相色谱仪, 各进样2次, 测定樟脑平均峰面积。以质量浓度为横坐标, 峰面积为纵