

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 μL 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 0.101 3 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 μL 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}, 王恩源², 赵德刚¹, 刘建华³, 刘文涛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 μm)滤过,即得。

2.3 色谱条件:色谱柱:Kromasil C₁₈柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm);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 ℃;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 μL 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

坐标,得回归方程: $A = 63\ 632\ C - 2\ 582.6$, $r = 0.999\ 9$,线性范围:2.506~12.506 mg/mL。

2.5 精密密度试验:精密量取樟脑对照品溶液 10 μ L 注入液相色谱仪,重复进样 5 次,以樟脑的峰面积计算,RSD 为 0.37%。

2.6 重现性试验:取同一批号样品,依法制备供试品溶液 5 份,进行测定,以樟脑峰面积计算,结果 RSD 为 0.30%。

2.7 稳定性试验:精密量取同一供试品溶液,每隔 5 h 进样 1 次,共测 6 次,以樟脑峰面积计算,结果表明,供试品溶液在 25 h 内稳定,樟脑峰面积 RSD 为 0.25%。

2.8 空白试验:按制剂处方,去樟脑,照工艺制备缺樟脑样品作为阴性对照,按相同色谱条件进样,色谱图见图 1,阴性样品在樟脑相应保留时间无干扰峰。

2.9 回收率试验:精密量取含樟脑 7.50 mg/mL 样品溶液 5 mL,置 10 mL 量瓶内,共 6 份,分别精密加入樟脑对照品约 3.8 mg,加甲醇至刻度,依法测定,计算,结果平均回收率为 99.97%,RSD 为 0.77%。

2.10 样品测定:精密吸取供试品溶液 10 μ L,平行进样 3 次测定,采用外标法计算,结果见表 1。

3 讨论

曾选用桂皮醛作为定量指标,但由于其量甚微,定量效果不理想;此外,还对薄荷脑、冰片进行了相关试验,结果均不理想,故选用樟脑作为定量指标,

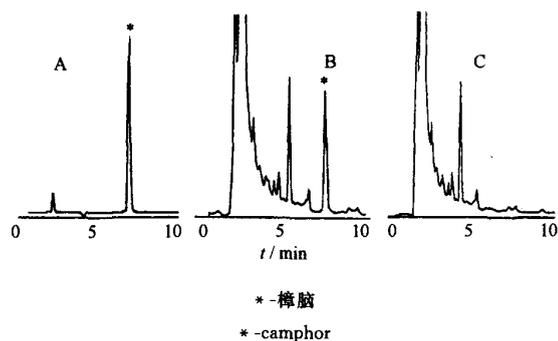


图 1 樟脑对照品(A)、伤筋正骨酊(B)和缺樟脑的阴性对照(C)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatograms of camphor reference substance (A), Shangjin Zhenggu Tinctura (B), and negative sample (C)

表 1 伤筋正骨酊中樟脑的测定结果 ($n=3$)

批号	樟脑/(mg·mL ⁻¹)	RSD/%
20020801	7.650	1.26
20020802	7.533	1.11
20020803	7.263	1.38

获得较好的定量效果。

在色谱条件试验中,曾采用 C_{16} 作为分离柱,但分离效果不好,改用 C_{18} 柱,获得满意分离效果。

测定结果表明,选用樟脑作为定量检测指标以及建立的 HPLC 色谱条件,方法简便可靠,分离度高,重现性好,可用于伤筋正骨酊剂的质量控制。

GC 法测定凉开胶囊中麝香酮

焦连庆,于敏

(吉林省中医中药研究院,吉林 长春 130021)

凉开胶囊为根据牛黄安宫丸处方加减制成用于治疗热病,高热烦躁、热盛惊厥、神昏谵语,对于感染性疾病具有上述症候者。处方主要有牛黄、人工麝香、人工牛黄、黄芩、黄连、穿心莲等 11 味药。方中人工麝香为君药,麝香酮为其有效成分,本实验采用气相色谱法对麝香酮进行了测定。

1 仪器与试剂

岛津 QP-5000 气相色谱仪;麝香酮对照品(中国药品生物制品检定所,供含量测定用,批号:0719-

0304),试剂均为分析纯,凉开胶囊由吉林省大峻药业有限提供(每粒 0.4 g)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:DB-17 毛细管柱(30 m×0.25 mm);载气:He;体积流量:40 mL/min;进样口温度:270 $^{\circ}$ C;柱温:250 $^{\circ}$ C。以麝香酮分子离子峰(m/z) 238 的丰度为定量指标。色谱图见图 1。

2.2 供试品溶液的制备:取本品 2 粒内容物(约 0.8 g),精密称定,置索氏提取器中,加入乙醚适量

收稿日期:2004-09-18

作者简介:焦连庆(1965—),男,吉林省长春市人,副主任药师,硕士,从事天然药物研究与开发。

Tel: (0431) 6816837 E-mail: jliq51@tom.com