

实验结果说明在中药提取中,可以利用球面对称设计来优化提取条件。与传统的正交试验设计相比,球面对称设计的优化结果更加节约生产成本和能源。

本实验采用乙醇提取白芍中的芍药苷,在考察影响因素的时候未对提取次数加以考虑,即所有试验均只提取1次。这是因为球面对称设计无法对提取次数予以考察,因为提取次数只能是整数而无法为小数,这也是球面对称设计的一个缺点,实验中为保证一致性,因此正交试验也采用一次提取操作。为了弥补这

个缺点,可以考虑在用球面对称设计优化提取工艺后,再采用单因素试验对提取次数加以考察。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005.
- [2] 盛海林,涂家生. 球面对称设计在药剂学上的应用[J]. 中国药科大学学报, 1996, 27(4): 211-214.
- [3] 刘媛,周劲松,陈玉俊,等. 白芍提取工艺的研究[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(7): 1239-1240.
- [4] 刘芳,杨广德. 白芍中药药苷的提取方法研究[J]. 中成药, 2003, 25(10): 792-795.
- [5] 吴巧凤,严云良,楼小红. 白芍中药药苷的提取工艺研究[J]. 中成药, 2006, 28(9): 1379-1380.
- [6] 黄夏敏,彭中芳,邓祝玲. 白芍在中成药生产过程中芍药苷含量变化的研究[J]. 中药新药与临床药理, 1998, 9(4): 236.

HPLC法测定小儿止咳糖浆中麻黄碱

刘茂军¹,王春胜²

(1. 天津市和平区中医医院,天津 300050; 2. 天津化工厂医院,天津 300480)

小儿止咳糖浆由盐酸麻黄碱、甘草流浸膏、桔梗流浸膏等成分组成,具有祛痰、止咳的功效。目前无定量测定标准。笔者参考相关文献报道^[1-3],采用薄层色谱法鉴别了小儿止咳糖浆中的甘草、桔梗和盐酸麻黄碱,HPLC法测定其中的盐酸麻黄碱,以此作为其质量控制指标。

1 材料

BP210S型电子天平(感量:0.000 01 g);岛津LC-6A高效液相色谱仪;SPD-6AV紫外检测器;LC-6A输液泵;SCL-6B色谱系统控制器;VST色谱工作站。

小儿止咳糖浆以及处方药材(天津化工厂医院提供);盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号714-9202);硅胶G(青岛海洋化工厂,薄层色谱用);甲醇为色谱纯,其他均为分析纯试剂。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:精密称取盐酸麻黄碱对照品11 mg置50 mL量瓶中,加甲醇使溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液(每1 mL含盐酸麻黄碱0.22 mg)。精密吸取此溶液10 mL,置50 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,密塞,即得50 μg/mL的储备液。

2.2 供试品溶液的制备:精密量取小儿止咳糖浆1 mL,置25 mL量瓶中,加甲醇使溶解并稀释至刻度,用针头式有机过滤器滤过,即得。同法制备阴性

对照溶液。

2.3 色谱条件:色谱柱:Packing Irregular-H C₁₈(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:甲醇-0.1%磷酸二氢钾(30:70);体积流量:1.0 mL/min;检测波长:215 nm;灵敏度:0.01 AUFS;柱温:室温;进样量:20 μL。

2.4 标准曲线的绘制:精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液适量,稀释配制成5.5、11、22、33、44 μg/mL溶液,分别吸取20 μL进样测定。以峰面积为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $Y=1\,136\,X-3\,003.4$, $r=0.999\,8$ 。结果表明盐酸麻黄碱在5.5~44 μg/mL与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 专属性试验:精密量取盐酸麻黄碱对照品溶液、小儿止咳糖浆以及阴性对照溶液各适量,进样,结果见图1。可见盐酸麻黄碱对照品保留时间在10 min左右,供试品溶液中麻黄碱的保留时间也在10 min左右,阴性对照没有任何干扰。

2.6 稳定性试验:同一供试品溶液在室温下放置,分别于0、4、8、12、18、24 h准确吸取20 μL进样,测定盐酸麻黄碱峰面积,计算得其RSD为1.69%。说明供试品溶液在24 h内稳定。

2.7 重现性试验:取同一批样品6份,制备供试品溶液,进样测定,计算其中盐酸麻黄碱的质量分数,结果其RSD为1.63%。

2.8 精密度试验:精确吸取供试品溶液20 μL,重

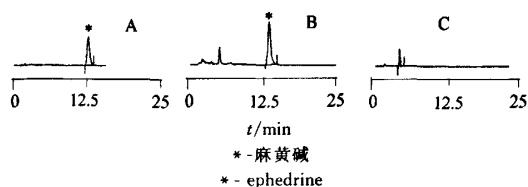


图1 盐酸麻黄碱对照品(A)、小儿止咳糖浆(B)和阴性对照(C)的HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of ephedrine hydrochloride reference substance (A), Xiaoer Zhike Syrup (B), and negative sample (C)

复进样6次,测定盐酸麻黄碱峰面积,计算得其RSD为0.58%。

2.9 加样回收率试验:取小儿止咳糖浆适量(其中含有麻黄碱0.687 mg),分别加入盐酸麻黄碱对照品0.54、0.74、0.85 mg,制备供试品溶液,进样测定,计算回收率,结果平均回收率为100.36%,RSD为2.08%($n=9$)。

2.10 样品的测定:取5批样品,制备供试品溶液,按上述色谱条件测定,进样量均为每次20 μ L,用外标法计算样品中盐酸麻黄碱的量,结果见表1。

表1 小儿止咳糖浆中麻黄碱的测定结果($n=3$)

Table 1 Determination of ephedrine in Xiaoer Zhike Syrup ($n=3$)

批号	麻黄碱/(mg·mL ⁻¹)	批号	麻黄碱/(mg·mL ⁻¹)
040927	0.684	041116	0.690
040927	0.690	041220	0.684
041116	0.688		

3 讨论

盐酸麻黄碱的薄层色谱鉴别中,采用《中国药典》2005年版规定使用的硅胶G薄层板,以氯仿-甲醇-浓氨试液(20:5:0.5)为展开剂,茚三酮为显色剂,效果较好。

小儿止咳糖浆供试品溶液的制备时,曾考虑众多方法,如加氨水用乙醚萃取5次再定容制备,杂质的量最少,但此方法提取率低。经试验发现采用直接取样加蒸馏水定容,再用针头式微孔过滤器滤过进样,方法简单,杂质少,提取率最高。

色谱条件的选择上,曾采用乙腈-水-磷酸-三乙胺(3:97:0.001:0.002)、水-磷酸-二正丁胺(1000:2.4:0.18)、甲醇-1%醋酸铵(40:60)作为流动相,效果不理想。由于盐酸麻黄碱成分呈碱性,流动相为一定比例缓冲溶液,调节pH值可改变其分离度。最后发现甲醇-0.1%磷酸二氢钾(30:70)为最好的流动相组合,使色谱条件分离效果最好。又尝试调整流动相比例,如甲醇-0.1%磷酸二氢钾(32:68)、甲醇-0.1%磷酸二氢钾(28:72),发现若磷酸二氢钾比例加大,则出峰时间延长,麻黄碱峰与杂质峰分离度较好;若磷酸二氢钾比例减小,则出峰时间缩短,麻黄碱峰与杂质峰分离度差。故依旧选择甲醇-0.1%磷酸二氢钾(30:70)作为流动相。体积流量选择上,考察了0.9、1.0、1.1 mL/min,发现1.0 mL/min的效果最好。盐酸麻黄碱在256 nm处有弱吸收,但在紫外区有较强的末端吸收,为提高检测灵敏度,选定215 nm为检测波长。

参考文献:

- [1] 欧少英. HPLC法测定哮喘口服液中盐酸麻黄碱的含量[J]. 中药材, 2004, 27(7): 528-529.
- [2] 何南生,曾宪仪,徐雪红. HPLC法测定小儿哮喘口服液中盐酸麻黄碱的含量[J]. 江西医学院学报, 2006, 18(3): 45.
- [3] 王林丽,陈亮,付若秋,等. HPLC法测定抗病毒口服液中盐酸麻黄碱的含量[J]. 中国药房, 2007, 18(15): 1167.

高效液相色谱法测定丹七片中丹酚酸B

梅爱中¹,陈柳娟²,戴德雄³

(1. 丽水市人民医院,浙江 丽水 323000; 2. 浙江瑞新药业股份有限公司,浙江 丽水 323000;

3. 浙江维康药业有限公司,浙江 丽水 323000)

丹七片由丹参、三七组成,具有活血化瘀的功效,其标准收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第1册,原标准无定量测定。本实验采用高效液相色谱法测定样品中丹酚酸B,结果方法操作

简便,重现性好,能有效控制本制剂的质量。

1 仪器与试剂

日本岛津LC20AD高效液相色谱仪,TU-11901紫外分光光度计。丹酚酸B(批号110857-

HPLC法测定小儿止咳糖浆中麻黄碱

作者: [刘茂军](#), [王春胜](#)
作者单位: [刘茂军\(天津市和平区中医医院, 天津, 300050\)](#), [王春胜\(天津化工厂医院, 天津, 300480\)](#)
刊名: [中草药](#) **ISTIC PKU**
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2008, 39 (7)

参考文献(3条)

1. [欧少英](#) [HPLC法测定哮喘口服液中盐酸麻黄碱的含量](#)[期刊论文]-[中药材](#) 2004(07)
2. [何南生](#); [曾宪仪](#); [徐雪红](#) [HPLC法测定小儿咳嗽灵口服液中盐酸麻黄碱的含量](#)[期刊论文]-[江西中医学院学报](#) 2006(03)
3. [王林丽](#); [陈亮](#); [付若秋](#) [HPLC法测定抗病毒口服液中盐酸麻黄碱的含量](#)[期刊论文]-[中国药房](#) 2007(15)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200807022.aspx