

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), Xiaoe 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 Xiaoe Zhike Syrup ($n=3$)

批 号	麻黄碱/(mg $\cdot$ mL $^{-1}$)	批 号	麻黄碱/(mg $\cdot$ 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(1 000:2.4:0.18)、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,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盐酸麻黄碱的含量[J]. 江西中医学院学报, 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 仪器与试药

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-

200203)对照品由中国药品生物制品检定所提供。甲醇、乙腈为色谱纯,其余为分析纯。丹七片(规格:0.3 g/片),浙江维康药业有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱 Hypersil ODS 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);甲醇-乙腈-0.1%磷酸(7:20:73)为流动相;检测波长为 286 nm;体积流量为 1 mL/min。色谱图见图 1。

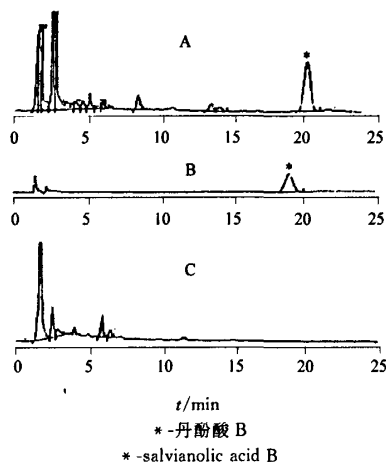


图 1 丹七片(A)、丹酚酸 B 对照品(B)和阴性样品(C)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of Danqi Tablets (A), salviolic acid B reference substance (B), and negative sample (C)

2.2 供试品溶液制备:取本品 20 片,除去包衣,精密称定,研细,取约 0.1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 75%甲醇 50 mL,称定质量,加热回流 1 h,放冷,再称定质量,用 75%甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。同法制备缺丹参的阴性样品溶液。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取丹酚酸 B 对照品适量,加 75%甲醇制成 35 μg/mL 的溶液,即得。

2.4 线性关系考察:精密称取丹酚酸 B 对照品 17.01 mg,置 100 mL 量瓶中,加 75%甲醇溶解并稀释至刻度。再精密吸取 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 mL 分别置于 10 mL 量瓶中,加 75%甲醇稀释并定容至刻度。分别精密吸取上述溶液 10 μL 注入液相色谱仪,测定峰面积值。以峰面积的积分值为纵坐标,质量浓度为横坐标,作标准曲线,并以最小二乘法计算

得回归方程: $Y=14\,453\,X-20\,713$, $r=0.999\,6$ 。结果显示丹酚酸 B 在 8.5~68.0 μg/mL 与峰面积具有良好的线性关系。

2.5 精密度试验:取丹七片供试品溶液和丹酚酸 B 对照品溶液,重复进样 6 次,测定丹酚酸 B 峰面积,结果 RSD 分别为 1.45% 和 1.1%。

2.6 稳定性试验:取丹七片供试品溶液于室温(20~25℃)下放置,分别于 0、2、4、6、8、10 h 精密吸取 10 μL 进样,测定丹酚酸 B 峰面积,结果 RSD 为 0.55%,显示供试品溶液在 10 h 内稳定。

2.7 重现性试验:精密称取样品(批号 050401)6 份,制备供试品溶液,进样测定峰面积,并计算丹酚酸 B 的质量分数,结果丹酚酸 B 的平均质量分数为 4.47 mg/片, RSD 为 1.38%。

2.8 回收率试验:精密称取样品(批号 050401,含丹酚酸 B 4.47 mg/片)0.05 g,各取 9 份,分别加入 0.75、0.94、1.12 mg 丹酚酸 B 对照品,制备供试品溶液,测定峰面积并计算回收率,结果丹酚酸 B 的平均回收率为 100.9%, RSD 为 1.02%。

2.9 样品测定:取批号:050401、050501、050502、050503、051001、051002、051003 样品,制备供试品溶液,按上述色谱条件测定,以外标法计算样品中丹酚酸 B 的质量分数,结果分别为 4.47、4.94、4.63、4.23、2.77、2.77、2.82 mg/片。根据 7 批样品测得的每片中丹酚酸 B 的总量为 2.77~4.94 mg,可暂拟定本品中每片丹酚酸 B 的总量不得少于 2.30 mg。

3 讨论

曾考察甲醇-乙腈-甲酸-水(30:10:1:59)流动相^[1],未达到基线分离,后根据液相色谱的实际分离情况,改用甲醇-乙腈-0.1%磷酸(7:20:73),结果分离效果良好,达到基线分离;且柱效较高,故采用后者为流动相。

考虑到方法的简便性和提取效率,曾以水、甲醇为溶剂,采用超声和回流提取方法进行比较^[1,2],结果表明,采用 75%甲醇回流提取 1 h 分离效果与提取效率均较理想。

参考文献:

- [1] 中国药典[S].一部.2005.
- [2] 吴果,瞿发林,吴汉斌,等. HPLC 法测定心脉通胶囊中丹酚酸 B 含量[J]. 中国临床药学杂志, 2005, 14(3): 184-186.

高效液相色谱法测定丹七片中丹酚酸B

作者：[梅爱中](#)，[陈柳娟](#)，[戴德雄](#)
作者单位：[梅爱中\(丽水市人民医院, 浙江, 丽水, 323000\)](#)，[陈柳娟\(浙江瑞新药业股份有限公司, 浙江, 丽水, 323000\)](#)，[戴德雄\(浙江维康药业有限公司, 浙江, 丽水, 323000\)](#)
刊名：[中草药](#) **ISTIC PKU**
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2008, 39 (7)
被引用次数：1次

参考文献(2条)

1. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005
2. [吴果;瞿发林;吴汉斌](#) [HPLC法测定心脉通胶囊中丹酚酸B含量](#)[期刊论文]-[中国临床药学杂志](#) 2005 (03)

引证文献(1条)

1. [李运景](#), [李雪芹](#), [吴丽冰](#) [RP-HPLC法测定痛经康口服液](#)中丹酚酸B的含量[期刊论文]-[中国现代药物应用](#) 2010 (21)

本文链接：http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200807023.aspx