

图8 PCA主成分1对主成分2得分散点图(J1~58, QS1、2, QH1、2, QZ1、2, QK1、2)

Fig. 8 Score scatter plot of PC1/PC2 through PCA (J1—58, QS1—2, QH1—2, QZ1—2, and QK1—2)

游离的原因来自实验过程中的误差;从实验结果来看,此种误差远小于样本类别间的差异,不会对实验结果造成影响。

以建立的洁尔阴洗液¹H-NMR-PCA法为基准,对新生产的洁尔阴洗液样品(验证样品)进行分析,结果显示验证样品与洁尔阴洗液样品之间基本相同,说明验证样品也是合格品(对验证样品按现有标准检验也为合格品)。以建立的洁尔阴洗液¹H-NMR-PCA法为基准,对其部分缺味(缺蛇床子、栀子、黄柏或苦参)制剂、缺辅料制剂以及缺全药材制剂进行分析,结果显示该方法能有效地区分洁尔阴洗液与各缺味制剂。

本实验不仅建立了一种新的洁尔阴洗液质量控

制方法,同时也建立了洁尔阴洗液的¹H-NMR-PCA的标准品(合格)数据库。当需要对新生产的洁尔阴洗液产品进行质量判断时,仅需按照本实验方法操作,获取样本的数据,导入数据库进行比较,即可判断新生产的洁尔阴洗液是否合格。同时,对于合格品的数据又可纳入数据库,使数据库中的样本数不断增加,从而使其代表性更强,判断的准确性不断提高。

传统的质量控制方法是对药材有效成分进行定性和定量,¹H-NMR-PCA法是基于中成药全成分(包括药材和辅料)的分析法,所以两者结果必然有相关性,即经传统方法检验不合格的样本,经本法检验同样不合格。¹H-NMR-PCA法的结果比单独检测一种或一类成分更能全面地反映中成药的实际情况,较传统方法更能避免人为向样本中添加指标有效成分以次充好的情况,并且该方法操作简便、重现性高,是比现有方法更为理想的质量控制方法。本方法的难点在于前期的基础工作,一旦数据库建立,则可对产品进行比较全面的监控。

参考文献:

- [1] 赵剑宇, 颜贤忠. 基于核磁共振的代谢组学研究进展[J]. 国外医学: 药学分册, 2004, 31(5): 308-313.
- [2] 新药转正标准[S]. 第十二册. 1996.
- [3] 徐亚敏, 肖正达, 徐赛红, 等. 洁尔阴洗液中蛇床子素的HPLC测定[J]. 中国医药工业杂志, 2002, 33(4): 176-178.
- [4] 王龙星, 肖红斌. 一种评价中药色谱指纹谱相似性的新方法: 向量夹角法[J]. 药学学报, 2002, 37(9): 713-717.
- [5] 张小确, 高枝荣, 夏云贵. 主成分分析方法及其在各仪器分析中的应用[J]. 河北工业科技, 2007, 24(6): 345-354.

千里光总黄酮的分离纯化研究

郝建生, 杨冰

(铜仁职业技术学院, 贵州 铜仁 554300)

摘要:目的 研究大孔吸附树脂分离纯化千里光总黄酮的工艺。方法 以千里光总黄酮质量浓度、回收率等为考察指标, 选用大孔吸附树脂对千里光总黄酮进行分离纯化, 分别采用静态试验、动态试验考察大孔树脂对千里光总黄酮的分离纯化效果及影响因素。结果 AB-8型大孔吸附树脂为最佳树脂, 洗脱剂为70%乙醇, 洗脱剂用量为4倍树脂体积, 体积流量3~4 mL/min; 上柱总黄酮质量与树脂质量比为1:9.4, 上柱液总黄酮质量浓度为17.86 mg/mL, 体积流量2~3 mL/min; 冲洗杂质用水体积2~3 BV, 体积流量2~3 mL/min; 上柱液pH 4~5; 径高比1.5:21.6。AB-8型大孔吸附树脂对千里光总黄酮静态饱和吸附量为111.25 mg/g, 洗脱率91.53%, 动态饱和吸附量为96.8 mg/g, 洗脱率为93.40%, 总黄酮回收率、质量分数均在90%以上。结论 采用大孔吸附树脂对千里光中的总黄酮进行纯化可行, 可以为合理的开发利用千里光提供参考。

关键词: 千里光; 总黄酮; 大孔吸附树脂; 分离; 纯化

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2009)12-1911-05

收稿日期: 2009-03-12

基金项目: 贵州省“十一五”农业科技攻关项目(黔科合NY字[2006]3020); 贵州省高层次人才科研条件特助经费项目(TZJF-2007-64)

作者简介: 郝建生(1954—), 男, 贵州铜仁人, 教授, 硕士, 长期从事天然药物有效成分提取分离教学、科研、生产工作。

Tel: (0856)8986256 E-mail: yujiansheng@sohu.com

千里光别名九里明、九里光,为菊科植物千里光 *Senecio scandens* Buch.-Ham. 的地上部分,药用全草,产于贵州、四川、广西、江苏、浙江等地。千里光性寒,味苦,有清热解毒,凉血消肿,清肝明目,杀虫止痒等功效,有较强的广谱抗菌活性,对金黄色葡萄球菌、痢疾杆菌、绿脓杆菌、流感杆菌、肺炎球菌、卡他球菌、大肠杆菌、钩端螺旋体等多种病原菌有抑制和杀灭作用,用于治疗风热感冒、上呼吸道感染、肺炎、目赤肿痛、眼结膜炎、咽喉炎、扁桃体炎、泄泻痢疾、肠炎、皮肤湿疹疮疖等^[1~3]。黄酮类化合物是千里光中最多、最主要的药用有效成分之一^[4,5]。为了更合理地开发利用千里光资源,本研究以千里光总黄酮质量分数和回收率为考察指标,选用大孔吸附树脂分离纯化千里光总黄酮,分别采用静态试验、动态试验考察大孔树脂对千里光总黄酮的分离纯化效果及影响因素,研究分离纯化千里光总黄酮的最佳工艺条件及各种最佳条件因素,从而为生产中合理的开发利用千里光、发挥千里光的最大经济效益提供实验依据。

1 材料与仪器

千里光全草采自贵州省铜仁市马岩镇,由本院生物技术重点实验室鉴定,采用统一的干燥方法加工。所用试剂均为分析纯;芦丁对照品为美国 Sigma 公司产品、质量分数大于 98%;D3520、AB-8、NKA-9、D4020、S-8、H107 型大孔吸附树脂由南开大学化工厂提供。

TU—1800 紫外可见分光光度计(北京普析),PHSJ—3F 精密酸度计(上海雷磁),ALG5/10 自动灌装封口机(上海国彩),电子天平(美国奥豪斯),植株样本粉碎机(上海实验仪器厂),液体自动混合机(北京长安仪器厂)。

2 方法与结果

2.1 千里光总黄酮的测定:采用以芦丁为对照品的紫外-分光光度法测定^[6]。

2.2 样品液的制备:取千里光全草(除根)干品粗粉 500 g,根据笔者已有 L₉(3⁴)正交设计筛选出的千里光总黄酮乙醇浸提最优水平组合工艺,即采用 60%乙醇、80℃温度、提取 3 次、每次 3 h、进行提取,制得提取液(总黄酮的质量浓度为 10.6 mg/mL),冷藏备用。

2.3 大孔吸附树脂纯化千里光总黄酮的静态试验

2.3.1 不同类型大孔吸附树脂的静态吸附、洗脱性能筛选:将 D3520、AB-8、NKA-9、D4020、S-8、H107 型树脂先用 4 倍体积 95%乙醇或丙酮浸洗,至浸洗

液加适量蒸馏水无白色浑浊现象为止,用水反复清洗干净至无醇味或无酮味,加入 4 倍体积 2 mol/L 氢氧化钠溶液,浸泡 12 h,以水洗至中性;再加入 4 倍体积 4 mol/L 盐酸,浸泡 12 h,用蒸馏水洗至中性,60℃烘干,备用。

精密称取经上述预处理的各种干树脂 1 g,共 3 份,置 100 mL 三角瓶中,精密加入样品液 20 mL 后震荡吸附,频率 120 次/min,1 min 间隔振荡 2 h,然后静置 20 h,使其达到饱和吸附。吸取上层液测定总黄酮的质量浓度,计算树脂的饱和吸附量[饱和吸附量=(初始质量浓度-一吸附后质量浓度)×吸附液体积/树脂质量(干树脂)],取 3 次平均值。将经静态饱和吸附总黄酮后树脂滤出,吸干表面水分,精密加入 70%乙醇 20 mL,同上法震荡 2 h 后滤出,测定洗脱液总黄酮的质量浓度,计算洗脱率[洗脱率=洗脱液浓度×洗脱液体积/饱和吸附量×100%],取 3 次平均值,结果见表 1。

表 1 6 种树脂对总黄酮的静态饱和吸附、洗脱
Table 1 Static saturating adsorption and elution capacity by six types of resins on total flavonoids

树脂种类	饱和吸附量/ (mg·g ⁻¹)	洗脱量/ (mg·g ⁻¹)	洗脱率 /%
D3520	92.80	73.58	79.29
AB-8	111.25	101.83	91.53
NKA-9	96.10	80.12	83.36
D4020	95.16	70.57	74.18
S-8	97.32	79.78	81.98
H107	70.55	60.15	83.26

结果表明前 5 种大孔吸附树脂对千里光总黄酮的静态饱和吸附量均在 90 mg 以上,以 AB-8 型树脂静态吸附量最大,为 111.25 mg/g;在静态洗脱中,AB-8 型树脂洗脱率为 91.53%,高于其他 5 种,因此 AB-8 型树脂表现出最佳的综合性能。

2.3.2 洗脱剂体积分数对 AB-8 型树脂洗脱率的影响:精密称取预处理好的 AB-8 型干树脂 1 g,共 7 份,分别置 100 mL 三角瓶中,精密加入样品液 20 mL,震荡处理,使其达到饱和吸附,分离树脂,吸干表面水分。对应加入 30%、40%、50%、60%、70%、80%、90%乙醇各 20 mL 后同法震荡洗脱 2 h,滤过,测定洗脱液总黄酮的质量浓度,计算洗脱率,结果见表 2。结果表明,洗脱剂乙醇体积分数增高,洗脱率逐渐增大,70%~90%乙醇的洗脱率均在 90%以上,而乙醇体积分数高易挥发,从经济、安全、节约出发选用 70%乙醇为洗脱剂。

2.3.3 pH 值对 AB-8 型树脂吸附总黄酮的影响:精密称取已预处理好的干树脂 1g,共 8 份,各置

表 2 乙醇体积分数对 AB-8 型树脂洗脱率的影响
Table 2 Effects of ethanol concentration on elution ratio by using AB-8 type resin

乙醇体积分数/%	洗脱率/%	乙醇体积分数/%	洗脱率/%
30	71.5	70	91.2
40	75.6	80	92.6
50	81.7	90	94.1
60	86.9		

100 mL 三角瓶中,精密加入 pH 3、4、5、6、7、8、9、10 样品液各 20 mL,震荡使其达到饱和吸附,吸取上层液,测定总黄酮的质量浓度,计算树脂饱和吸附量,结果见表 3。结果表明,上样液以 pH 4 时饱和吸附量最大。因黄酮类化合物多具酚羟基,显弱酸性,当上样液的 pH 值偏大时,千里光总黄酮有离子化趋势而不易被吸附。因此,上样液的 pH 值偏酸有利于吸附。

表 3 样品液不同 pH 值对 AB-8 型树脂吸附总黄酮的影响
Table 3 Effects of pH value of sample solution on total flavonoids adsorption by using AB-8 type resin

pH 值	吸附量/(mg · g ⁻¹)	pH 值	吸附量/(mg · g ⁻¹)
3	99.68	7	88.69
4	105.54	8	83.23
5	105.12	9	72.92
6	99.54	10	68.15

2.3.4 样品液体积与树脂质量比对吸附千里光总黄酮的影响:精密称取预处理好的 AB-8 型干树脂 1 g,共 4 份,分别置 100 mL 三角瓶中,按样品液体积与树脂质量比 5 : 1、10 : 1、15 : 1、20 : 1 分别精密加入样品液,震荡,使其达到饱和吸附。吸取上层液测定总黄酮质量浓度,计算吸附率(吸附率=吸附的总黄酮的质量/吸附前总黄酮的质量×100%);分离树脂,吸干表面水分,对应加入 70%乙醇各 20 mL,同法震荡洗脱 2 h,滤过,测定洗脱液中总黄酮的质量浓度,计算总黄酮的回收率(回收率=过柱后总黄酮的质量/过柱前总黄酮的质量×100%),结果见表 4。结果表明上样液与树脂质量比为 5 : 1~10 : 1 时吸附率、回收率最高,但 5 : 1 时总黄酮质量/树脂质量过大,大孔树脂利用不完全,有浪费;15 : 1~20 : 1 时树脂质量数偏低,吸附量饱和时总黄酮出现泄漏,吸附率、回收率降低。以上柱液与树脂质量比 10 : 1 时为最佳吸附用量比。

2.4 AB-8 型树脂分离纯化千里光总黄酮的动态试验
2.4.1 AB-8 型树脂对千里光总黄酮的动态吸附-洗脱性能:依照静态试验确定的工艺参数,称取已处理好的 AB-8 型吸附树脂 20 g,湿法装入柱(400 mm×15 mm)中,将样品液 300 mL(含总黄酮 10.6

mg/mL)以 2~3 mL/min 的体积流量上柱,进行动态吸附,分段收集流出液,每 10 mL 收集 1 次,测定流出液中总黄酮的质量浓度,计算泄漏率,绘制动态泄漏曲线,见图 1。

表 4 上柱液与树脂质量比对总黄酮吸附的影响(n=3)
Table 4 Effects of sample solution volume/resin weight on adsorption capacity of total flavonoids (n=3)

上柱液与树脂质量比/(mL · g ⁻¹)	总黄酮质量/mg	总黄酮质量/树脂质量	吸附率/%	总黄酮回收率/%
5 : 1	53.5	1 : 18.7	98.86	92.24
10 : 1	106.0	1 : 9.4	98.35	92.16
15 : 1	159.1	1 : 6.3	64.24	61.73
20 : 1	212.0	1 : 4.7	49.62	46.84

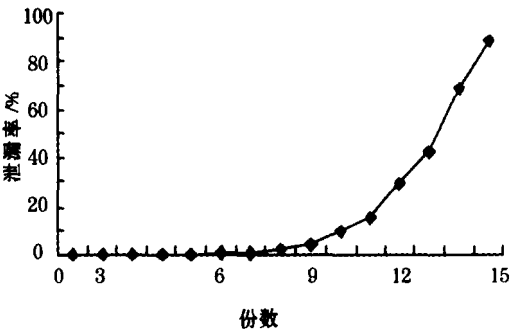


图 1 动态吸附曲线
Fig. 1 Dynamic adsorption curve

过完柱后用 3 倍树脂体积量(BV)蒸馏水以 3~4 mL/min 的速度洗柱除杂质,再用 4 BV 70%乙醇以 2~3 mL/min 的速度洗脱,收集 70%乙醇洗脱液,测定总黄酮的质量浓度,计算得总黄酮动态饱和吸附量、洗脱率、总黄酮的质量分数分别为 96.8 mg/g 干树脂、93.4%、90.55%。可知上样至第 10 份时,泄漏率超过 10%,说明上样至第 10 份时总黄酮泄漏明显,未吸附量增大,树脂吸附总黄酮能力显著降低。

2.4.2 柱的径高比对 AB-8 型树脂吸附千里光总黄酮的影响:称取已处理好的 AB-8 型大孔吸附树脂 10、20、30、40 g,分别湿法装柱于同一型号柱子(400 mm×15 mm)中,径高比分别为 1.5 : 7.2、1.5 : 14.4、1.5 : 21.6、1.5 : 28.8,将提取液 300 mL(含总黄酮 10.6 mg/mL)以 2~3 mL/min 的体积流量上柱进行动态吸附,收集流出液,测定流出液中总黄酮质量浓度,计算树脂比吸附量,结果见表 5。结果表明,当吸附的径高比为 1.5 : 21.6 时,AB-8 型大孔吸附树脂对总黄酮的比吸附量最大。

表 5 径高比对 AB-8 型树脂吸附总黄酮的影响
Table 5 Effects of diameter height ratio on adsorption of total flavonoids by using AB-8 type resin

径高比/ (cm·cm ⁻¹)	上样液体 积/mL	上样液总黄 酮量/mg	未吸附总 黄酮量/mg	吸附量 /mg	比吸附量/ (mg·g ⁻¹)
1.5·7.2	300.00	3.18	2.27	0.91	91.20
1.5·14.4	300.00	3.18	1.26	1.92	95.91
1.5·21.6	300.00	3.18	0.22	2.96	98.55
1.5·28.8	300.00	3.18	0.00	3.18	79.50

表 6 上柱液的质量浓度对 AB-8 型树脂吸附总黄酮的影响

Table 6 Effects of sample concentration on adsorption capacity of total flavonoids by using AB-8 type resin

上柱液体 积/BV	上柱液质量浓度/ (mg·mL ⁻¹)	生药质量浓度/ (g·mL ⁻¹)	过柱时间/ min	过柱液总黄酮残 留/(mg·mL ⁻¹)	总黄酮损失量 (m·g ⁻¹)	总黄酮占总 量比/%	回收率/%
2	17.86	0.33	50~70	0.395	0.055	2.22	91.78
3	11.90	0.22	70~105	0.586	0.123	4.92	89.85
4	8.93	0.16	90~140	0.767	0.215	8.67	86.12

浓度、体积不同时,对千里光总黄酮吸附量、回收率有影响。4 BV 上柱液过柱后残液中总黄酮的质量浓度最多,损失量(未被吸附量)占总黄酮总量的 8.67%;而 2 BV 上柱液损失量最小,为 2.22%,总黄酮回收率最高。由此可见,提高上柱液中总黄酮的质量浓度有利于吸附和节省时间。

2.4.4 冲洗杂质用水体积对千里光总黄酮回收率的影响:取千里光样品液 4 份,每份含总黄酮 2.5 g,分别按 2 BV(140 mL)体积滤过后上柱,体积流量 2~3 mL/min,过柱完后 1 份不用水冲洗洗脱,另 3 份分别用 1、2、3 BV 水冲洗,测定每份过柱水及洗脱剂中总黄酮的质量浓度,计算损失量及水冲洗对总黄酮质量分数和回收率的影响,结果见表 7。

表 7 水体积对 AB-8 型树脂吸附总黄酮回收率的影响
(n=3)

Table 7 Effects of water volume on recovery rate of flavonoids adsorption by using AB-8 type resin (n=3)

冲洗用水 体积/BV	过柱水中黄酮 量/(mg·mL ⁻¹)	总黄酮损 失量/g	占总量 比/%	总黄酮质 量分数/%	总黄酮回 收率/%
0	0	0	0	79.8	92.11
1	1.62	1.13	4.56	83.6	89.54
2	1.26	1.76	7.10	88.9	87.44
3	0.88	1.85	7.46	92.1	86.29

结果表明,吸附后用水冲洗对已吸附的总黄酮会有一定量的损失,在一定范围内,水洗体积越大,损失量越多,总黄酮回收率降低,3 BV 水冲洗损失总量的 7.46%,但水洗可除去杂质,提高总黄酮质量分数。综合各因素,冲洗杂质用水体积以 2~3 BV 为宜。

2.4.5 洗脱剂用量及洗脱次数对千里光总黄酮回收率的影响:取千里光样品 1 份,含总黄酮 2.5 g,按 2

2.4.3 样品上柱液的质量浓度对千里光总黄酮回收率的影响:分别称取已处理好的 AB-8 型吸附树脂 40 g,共 3 份,湿法装入色谱柱(400 cm×2 cm)中,取千里光样品液 3 份,每份含总黄酮 2.5 g,其体积分别为 2、3、4 BV,按 2~3 mL/min 体积流量过柱,分别收集过柱液,测定其中总黄酮残留量,计算总黄酮的回收率,结果见表 6。

结果表明,上柱液中总黄酮质量相同,而质量

BV(140 mL)体积滤过后上柱,体积流量 2~3 mL/min,过柱完后用 70%乙醇作洗脱剂,按 1 BV(70 mL)洗脱,共洗脱 5 次,收集每次洗脱剂,测定其中总黄酮的质量浓度,计算总黄酮回收率,结果见表 8。

表 8 洗脱剂用量和洗脱次数对 AB-8 型树脂吸附总黄酮回收率影响(n=3)

Table 8 Effects of eluent volume and elution times on flavonoids adsorption recovery rate by using AB-8 type resin (n=3)

洗脱剂用 量/mL	洗脱 次数	洗脱剂中总黄 酮/(mg·mL ⁻¹)	收得洗脱 剂量/mL	总黄酮 质量/g	总黄酮回 收率/%
70	第 1 次	23.78	68	1.617	64.68
70	第 2 次	7.31	68	0.497	19.88
70	第 3 次	1.88	68	0.127	5.08
70	第 4 次	0.41	68	0.028	1.12
70	第 5 次	0.30	69	0.021	0.84

可以看出,总黄酮洗脱量主要集中在第 1、2、3、4 次,占总黄酮回收率的 90.76%。洗脱剂用量为 4 倍树脂体积比较适宜。

2.5 验证试验:取千里光全草(除根)干品粗粉适量,提取千里光总黄酮,浓缩干燥后得浸膏 84.5 g,经测定总黄酮质量分数为 32.3%。将浸膏定量溶解后按最佳工艺条件过柱,收集洗脱液,浓缩干燥后得纯化物 27.9 g,测定得总黄酮质量分数为 91.6%。过柱后比过柱前总黄酮质量分数提高 2.84 倍,与试验结果相吻合。

3 讨论

本实验研究通过静态试验考察得出以 AB-8 型大孔吸附树脂对千里光总黄酮静态饱和吸附及解吸效果最好。通过动态试验考察得出 AB-8 型大孔吸附树脂对千里光总黄酮分离纯化最优工艺条件:洗脱剂

为70%乙醇,用量为4倍树脂体积,体积流量3~4 mL/min;上柱总黄酮质量与树脂质量比为1:9.4,上柱液总黄酮质量浓度为17.86 mg/mL,体积流量2~3 mL/min;冲洗杂质用水体积2~3 BV,体积流量2~3 mL/min;上柱液pH值为4~5;径高比1.5/21.6,总黄酮回收率、质量分数均可达90%以上。

本研究表明上样总黄酮质量与树脂质量比、树脂柱内径与其柱高比是影响大孔吸附树脂吸附效果的因素之一。为保证吸附完全,实际生产中树脂质量应约大于上样总黄酮质量,以保证达到饱和吸附及吸附完全;而合适的径高比可为分离提供较高的柱效,从而更有利于大孔树脂的吸附和分离。在一定范围内,上样液质量浓度与吸附量呈明显的正相关关系,17.86 mg/L吸附量明显高于8.93 mg/L,适当提高上样液浓度有利于吸附。上样液浓度以分

离的目标产物千里光总黄酮计,可消除千里光药材产地、品种等不同造成的总黄酮的差异,有利于保证吸附及减少损失。随着吸附-洗脱次数的增加,残留在树脂上而不能被洗脱下来杂质会增加,使树脂吸附力减弱或丧失。因此使用一段时间后(4~5次),必须对树脂进行再生处理,以保证其吸附功能正常。

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上册. 上海:上海科学技术出版社,1997.
- [2] 王浴生,邓文龙,薛春生. 中药药理与应用[M]. 北京:人民卫生出版社,2000.
- [3] 陈录新,李 宁,张 勉. 千里光的研究进展[J]. 海峡药学,2006,18(4):13.
- [4] 张文平,陈惠群,张文书,等. 千里光总黄酮的抗炎作用研究[J]. 时珍国医国药,2008,19(3):605.
- [5] 王晓林,钟方丽,张海娟. 清热散结片的制备工艺研究[J]. 吉林化工学院学报,2007,24(3):17.
- [6] 郁建生. 分光光度法测定复方草珊瑚注射液中总黄酮含量方法的探讨[J]. 中兽医医药杂志,2002(3):41.

HPLC 法测定克咳软胶囊中盐酸麻黄碱

董嘉德¹,戴德雄²,朱 莹²

(1. 浙江省绍兴县中心医院,浙江 绍兴 312030;2. 浙江维康药业有限公司,浙江 丽水 313000)

摘 要:目的 建立克咳软胶囊中盐酸麻黄碱的测定方法。方法 采用 HPLC 法,Zorbax SB-C₁₈ 色谱柱(150 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:0.01 mol/L 磷酸二氢钾-甲醇-三乙胺(97:3:0.2,磷酸调 pH 值至 2.7);体积流量:1.0 mL/min;柱温:30 ℃;检测波长:210 nm;进样量:20 μL。结果 盐酸麻黄碱在 0.092~1.472 μg 与峰面积呈良好的线性关系,平均回收率 100.03%,RSD 为 0.86%。结论 该方法简便、灵敏、专属性强、重现性好,可作为克咳软胶囊的质量控制方法。

关键词:克咳软胶囊;盐酸麻黄碱;高效液相色谱

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2009)12-1915-03

克咳软胶囊是由麻黄、罂粟壳、甘草、苦杏仁等7味中药精制而成,具有止嗽、定喘、祛痰等功效,临床用于咳嗽,喘急气短等。其有效成分为盐酸麻黄碱、甘草酸等。为了有效地控制该产品的质量,本实验参考相关文献报道^[1,2],建立该软胶囊中盐酸麻黄碱的高效液相色谱测定方法,该法简便、准确、重现性好,可作为该制剂的质量控制方法。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 液相色谱仪,分析之星色谱工作站;Sartorius BP211D 电子天平(德国赛多利斯);JL-180DTH 超声波清洗器(上海杰理科技有限公司);盐酸麻黄碱对照品(批号 714-9903,中国药品生物制品检定所);克咳软胶囊由浙江维康药业有限

公司提供;甲醇为色谱纯(Fisher Chemicals),水为重蒸馏水,其余试剂为分析纯。

2 方法和结果

2.1 检测波长的选择:取盐酸麻黄碱对照品溶液在200~400 nm 进行紫外扫描,由光谱图可见,盐酸麻黄碱在 210 nm 波长处有最大吸收,故试验选择 210 nm 作为检测波长。

2.2 色谱条件:Zorbax SB-C₁₈ 色谱柱(150 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:0.01 mol/L 磷酸二氢钾-甲醇-三乙胺(97:3:0.2,磷酸调 pH 值至 2.7);体积流量:1.0 mL/min;柱温:30 ℃;检测波长:210 nm;进样量:20 μL。

2.3 溶液的配制