

3 讨论

3.1 测定方法的选择 有关中药材及复方制剂中延胡索乙素的含量测定方法,文献报道的主要有高效液相色谱法、分光光度法、薄层扫描法等^[3-5]。分光光度法和薄层色谱扫描法操作比较复杂,检测周期长,检测误差大,故本实验选用高效液相色谱法进行含量测定,样品预处理简单,测定结果准确可靠。

3.2 流动相的选择 参考相关文献,分别以甲醇-水、甲醇-0.1%磷酸溶液、乙腈-水、乙腈-0.1%磷酸溶液及乙腈-0.1%醋酸溶液等为流动相^[6-8],对延胡索乙素的分离进行考察,最终确定甲醇-0.1%磷酸溶液(三乙胺调 pH 至 6.0)(50:50)为流动相。在此流动相条件下,样品中的延胡索乙素峰形好,与杂质峰分离度较好,保留时间适合。

3.3 测定波长的选择 本实验采用紫外分光光度计,在 190~800 nm 波长范围内对延胡索乙素色谱峰的光谱图进行扫描,结果在 280 nm 处有最大吸收峰,故选择 280 nm 作为检测波长。

3.4 提取方法的选择 延胡索乙素为叔胺类生物碱,呈弱碱性,在碱性环境下以分子形式存在,易溶于有机相^[9]。本实验采用多种提取方法后确定先用浓氨试液-甲醇(1:20)混合溶液提取,再将提取液用浓氨水调 pH 至 10,然后用乙醚萃取,可去除杂质,减少其他成分对检测结果的干扰。

3.5 对含量限度的确定 根据 20 多批样品的测定结果,并参照《中华人民共和国药典》2010 年版延胡索药材中延胡索乙素的含量下限(去除水分的影响)、处方

中延胡索的比例及制剂工艺中有效成分的转移率,最终确定本品含量限度定为每克含延胡索乙素($C_{21}H_{25}NO_4$)不得少于 50 μg 。

本实验建立的延胡索乙素含量测定方法操作简便快速,有效成分分离较好,其他成分无干扰,可作为该制剂的含量控制指标。

参考文献

- [1] 董慧贤,郭美华,何平. 胆痛立消胶囊的制备与质量控制[J]. 医药导报,2010,29(6):773-775.
- [2] 汪玲,程贝,罗兰,等. 元胡止痛分散片中延胡索乙素的含量测定[J]. 医药导报,2009,28(1):114-115.
- [3] 冯益明. HPLC 法测定复方枣仁胶囊中延胡索乙素的含量[J]. 中国药品标准,2010,11(3):214-216.
- [4] 杜化霜,刘元瑞,裴艳萍. 薄层色谱法测定尿路通片中延胡索乙素含量[J]. 中成药,2009,28(11):1711-1712.
- [5] 王捷,刘宗河,焦爱萍. 紫外分光光度法测定复方金蒲片中延胡索乙素含量[J]. 广西医学,2004,26(12):1770-1772.
- [6] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:化学工业出版社,2005:94.
- [7] 张其凤,王守英. HPLC 测定舒筋消痛丸中延胡索乙素的含量[J]. 现代中药研究与实践,2008,22(1):44-45.
- [8] 刘超英,刘丹,韩建伟. HPLC 法测定瘀创灵凝胶中延胡索乙素的含量[J]. 药物分析杂志,2009,29(8):1330-1332.
- [9] 王曙东,汤溟,崔恩忠. 高效液相色谱法测定胃乐舒颗粒中延胡索乙素的含量[J]. 医学研究生学报,2010,23(6):634-636.

DOI 10.3870/yydb.2012.02.043

反相高效液相色谱法测定苯酚溶液含量

柳雅君¹,夏维杰¹,张连成²

(1. 沈阳军区总医院特诊科,110016;2. 黑龙江省齐齐哈尔市药品检验所,161006)

摘要 目的 建立测定苯酚溶液含量的高效液相色谱法。方法 色谱柱为 Diamonsil- C_{18} (4.6 mm×150 mm, 5 μm),流动相为水-甲醇(85:25),检测波长 254 nm,流速 1.0 mL·min⁻¹,柱温 30 $^{\circ}\text{C}$,进样量 20 μL 。结果 苯酚溶液进样量在 2~20 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好($r=0.999\ 6$, $n=6$),平均回收率 99.7%,RSD=0.81%($n=9$)。结论 该方法简便,准确,重复性好,可用于该制剂的含量测定。

关键词 苯酚溶液;色谱法;高效液相;含量测定

中图分类号 R979.7;R927.1 **文献标识码** A

文章编号 1004-0781(2012)02-0243-03

苯酚溶液是由苯酚溶解于水而成的溶液,未添加抗氧化剂等其他物质;由于苯酚溶液易于氧化,所以配制的苯酚溶液应密闭、避光、低温保存。苯酚溶液是良好的消毒剂,用于医院病房、手术室、公共场所的杀菌

消毒,也可配制成低浓度溶液用于术前泡手消毒。苯酚收载于《中华人民共和国药典》2010 年版^[1],其含量测定为容量分析法,方法繁琐,重复性差。笔者在本实验建立测定苯酚溶液的反相高效液相色谱法^[2],该方

法简便、准确,灵敏度高,分离度好,可用于该制剂的质量控制。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Agilent1100 高效液相色谱仪,紫外检测器,岛津-2550 型紫外分光光度计。

1.2 试剂 苯酚对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号:100509-200902),二次蒸馏水,0.2% 苯酚溶液(规格:500 mL : 1 g,批号:2010071,2010078,20100719,20100912,20100920,沈阳军区总医院制剂室制备)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 采用迪玛 Diamonsil-C₁₈ (4.6 mm×150 mm,5 μm),流动相为水-甲醇(85 : 25),检测波长 254 nm,流速 1.0 mL · min⁻¹,进样量 20 μL。柱温 30 °C^[3],在本条件下苯酚对照品与样品色谱图见图 1。

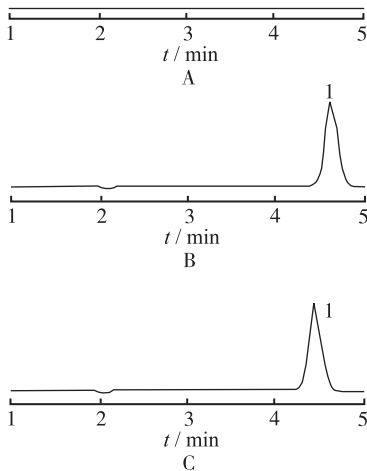


图 1 空白溶剂(A)、对照品溶液(B)、供试品溶液(C)高效液相色谱图 1. 苯酚

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取苯酚对照品20.21 mg,置 100 mL 棕色量瓶,加水至刻度,摇匀,浓度为 0.2 mg · mL⁻¹,作为对照溶液的储备液。

2.2.2 供试品溶液 精密量取批号为 2010071 的溶液 10 mL(相当于苯酚 20 mg),置 100 mL 棕色量瓶,加水至刻度,摇匀。精密量取 5 mL,置 100 mL 棕色量瓶,加水溶解至刻度,摇匀。

2.2.3 空白溶剂的制备 取生产线制剂用纯化水(60 ~ 70 °C)500 mL,置于产品用塑料瓶,加盖、密封,

存放 10 d 后使用。

2.3 线性关系考察 精密量取苯酚对照溶液储备液 1.0,4.0,6.0,8.0,10.0 mL,分别置 100 mL 棕色量瓶,加水至刻度,摇匀,按“2.1”项色谱条件各进样 20 μL 测定,测定苯酚峰面积,并以对照品的浓度为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y),绘制标准曲线,得回归方程为 $Y=28.625X-16.746$, $r=0.9996$ 。结果表明苯酚进样量在 2 ~ 20 μg · mL⁻¹ 范围内线性关系良好。

2.4 精密度实验 精密量取 3 种浓度苯酚对照品溶液储备液 2.0,4.0,8.0 mL,置 100 mL 棕色量瓶,加水至刻度,摇匀,分别进样 5 次。结果 3 种浓度的精密度 RSD 分别为 1.00%,0.87%,1.20%。

2.5 重复性实验 配制同一批(批号:2010071)供试品溶液 5 份,在“2.1”项色谱条件下进样,测定苯酚的含量,RSD 为 0.8%(n=5)。

2.6 稳定性实验 取同一批供试品溶液,按“2.1”项色谱条件于 0,4,6,8,12,24 h 分别进样 20 μL 测定,外标法计算含量,结果 RSD 为 1.2%,初步表明供试品溶液在不避光条件下 24 h 内稳定。

2.7 加样回收率实验 精密量取已知含量的供试品溶液共 9 份,分别置于 100 mL 量瓶,精密加入“2.2.1”项对照品储备液,相当于供试品中已知含量的 80%,100%,120%,各 3 份(精密量取对照品储备液 80,100,120 mL 各 3 份),置上述 100 mL 量瓶,加水至刻度,过滤,分别精密量取 5 mL 置 100 mL 量瓶,加流动相至刻度,按“含量测定”项下方法测定,计算回收率。平均回收率为 99.7%,RSD 为 0.81%。

2.8 样品测定 精密量取“2.2.1”项对照品储备液 5 mL,置 100 mL 量瓶,加水稀释至刻度,摇匀,按“2.1”项色谱条件测定,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,测得结果见表 1。

表 1 两种方法下苯酚含量测定结果 %

批号	药典法标示量	HPLC 法标示量
2010071	98.2	99.6
2010078	101.4	100.8
20100719	98.8	98.3
20100912	99.2	99.6
20100920	99.7	99.2

3 讨论

原苯酚的含量测定采用容量分析法^[3],其结果与高效液相色谱法测定比较,偏差约 0.2%。笔者在本实验建立了测定苯酚含量的高效液相色谱法。本方法

收稿日期 2011-06-19 修回日期 2011-07-07

作者简介 柳雅君(1965-),女,辽宁沈阳人,主管技师,学士,研究方向:临床药学。电话:024-28851486, E-mail: liuyajun1965@hotmail.com。

简便,准确,可更好地控制苯酚制剂的质量。

由于苯酚遇光易氧化,使溶液颜色加深,影响实验结果,所以实验时应避光操作。

采用苯酚溶液紫外测定项下的波长;在实验过程中对色谱条件进行了考察,最后通过色谱系统适应性的几个指标:理论板数、分离度对称因子等的要求,认为以甲醇-水(85:25)为流动相时,其色谱分离效果较为理想。能充分满足实验需求。

《中华人民共和国药典》2010 年版收录了苯酚的含量测定方法(容量分析法),笔者在本实验建立测定

其含量的高效液相色谱法,测定结果表明使用高效液相色谱测定苯酚的含量与容量分析法测定结果一致,且操作简便,专属性强,可以有效控制其质量。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(二部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010:443.
 - [2] 张庆合. 高效液相色谱实用手册[M]. 北京:化学工业出版社,2008:269.
 - [3] 樊彩梅,孙彦平. 苯酚及其光催化降解中间产物的 HPLC 法同时测定[J]. 分析测试学报,2000,19(4):49-50.
- DOI 10.3870/yydb.2012.02.044

裸花紫珠制剂中毛蕊花糖苷含量测定

莫迎

(南宁食品药品检验所,530001)

摘要 目的 建立测定裸花紫珠制剂中毛蕊花糖苷含量的反相高效液相色谱法。方法 采用反相高效液相色谱法,色谱柱为 Shimadzu vp-ods(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相为乙腈-0.5% 磷酸溶液(18:82),流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长 332 nm,柱温 35 ℃。结果 毛蕊花糖苷线性范围为 0.1~0.9 μg,r=0.999 8(n=5),裸花紫珠分散片中毛蕊花糖苷平均加样回收率 98.68%(RSD=1.97%),裸花紫珠片中毛蕊花糖苷平均加样回收率 99.43%(RSD=1.95%),裸花紫珠胶囊中毛蕊花糖苷平均加样回收率 100.09%(RSD=1.60%)。结论 所建立的方法专属性强,可为科学评价裸花紫珠制剂的质量提供新的理论依据。

关键词 裸花紫珠;毛蕊花糖苷;色谱法,高效液相

中图分类号 R286;R927.1 **文献标识码** A

文章编号 1004-0781(2012)02-0245-03

裸花紫珠为马鞭草科植物裸花紫珠(*Callicarpa nudiflora* Hook. et Arn.)的干燥叶,被《中华人民共和国药典》1977 年版收载,以后历版《中华人民共和国药典》均未收载。目前裸花紫珠单味制剂在临床上主要用于抗炎、止血,应用较广的剂型有薄膜衣片、分散片、胶囊、栓剂等,国内研究该药多集中在总黄酮类^[2]、木犀草素^[3-5]、熊果酸^[6-7]、齐墩果酸^[8]等方面,而测定该药中毛蕊花糖苷含量的研究笔者尚未见报道。笔者在本研究以高效液相色谱法测定裸花紫珠分散片、裸花紫珠片、裸花紫珠胶囊中毛蕊花糖苷的含量,以期科学评价裸花紫珠制剂质量提供新的参考依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 LC-2010AHT 高效液相色谱仪(日本岛津),紫外检测器,LCsolution 色谱工作站。

1.2 试剂 毛蕊花糖苷对照品(中国药品生物制品

检定所提供,批号:111530-200505,含量测定用),乙腈(色谱纯),磷酸(色谱纯),水(超纯水),其余试剂均为分析纯。裸花紫珠分散片(成都华宇制药有限公司,批号:091008,091201,规格:每片 0.5 g,含干浸膏 0.25 g)、裸花紫珠片(海南九芝堂有限公司,批号:100700,800490,规格:每片含干浸膏 0.5 g)、裸花紫珠胶囊(江西杏林白马药业有限公司,批号:20100101,20110202,规格:每粒 0.3 g,含干浸膏 0.2 g)均为南宁食品药品检验所抽验及市售药品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:Shimadzu vp-ods(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相:乙腈-0.5% 磷酸溶液(18:82);流速:1.0 mL·min⁻¹;检测波长:332 nm;柱温:35 ℃;进样量 10 μL;理论板数按毛蕊花糖苷计不低于 5 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取毛蕊花糖苷对照品 9.98 mg,置 10 mL 量瓶,加 50% 甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液贮备液。精密量取贮备液 1 mL 至 20 mL 量瓶,摇匀,作为对照品溶液。

收稿日期 2011-05-22 修回日期 2011-07-06

作者简介 莫迎(1970-),女,广西南宁人,工程师,硕士,主要研究方向:食品药品质量标准。电话:0771-3904376,E-mail:moying0771@163.com。