

了上述色谱条件。

4.2 实验结果表明,用 RP-HPLC 法与紫外分光光度法测定莫诺苯宗原料药的含量结果是一致的。紫外法操作更简便快捷,但 HPLC 法能够检测出微量有关物质,更有利于监测本药物的纯度。因此,本

法不仅可用于原料药及制剂的含量测定,更适用于测定对照品的含量。

参考文献:

[1] USP XX IV[S]. 2003:1251.

收稿日期:2003-10-28

高效液相色谱法测定延胡索中延胡索乙素的含量

马临科(浙江省药品检验所,浙江 杭州 310004)

摘要 目的:建立高效液相色谱法测定中药材延胡索中延胡索乙素的含量。方法:以 Agilent zobax Extend C₁₈(250mm×4.6mm,5μm)为色谱柱,甲醇-0.1%磷酸(三乙胺调 pH 值至 6.0)(55:45)为流动相,流速 1.0mL/min,检测波长:280nm。结果:延胡索乙素在 115~1376ng 范围内线性关系良好,平均回收率为 99.2%,RSD=1.5%(n=6)。结论:该方法简便,重现性好,可作为中药材延胡索的质量控制方法。

关键词 延胡索;延胡索乙素;高效液相色谱法

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2003)06-0351-03

Determination of dl-Tetrahydropamine in Yanhusuo by HPLC

MA Lin-ke (Zhejiang provincial Institute for Drug Control, Hangzhou 310004)

ABSTRACT OBJECTIVE: An HPLC method was developed for determination of dl-Tetrahydropamine in Yanhusuo. **METHOD:** The column was ODS Agilent zobax Extend C₁₈(4.6×250mm,5μm), mobile phase was Methanol-0.1% phosphoric acid (adjust pH 6.0 with Triethylamine)(55:45). Detection wavelength was set at 280nm. **RESULT:** Linearity range was 115~1376ng, The average recovery was 99.2%, RSD=1.5%(n=6). **CONCLUSION:** The method is accurate and can be used for quality control of Yanhusuo.

KEY WORDS Yanhusuo;dl-Tetrahydropamine;HPLC

延胡索为常用中药,具活血、利气、止痛等功效,主要用于胸肋、腕腹疼痛,经闭痛经及跌扑肿痛。延胡索含有多种生物碱,主要为原小檗碱型生物碱延胡索甲素、延胡索乙素、延胡索丙素等,另含原阿片碱、d-海罂粟碱等^[1]。其中以延胡索乙素的止痛镇静作用最强^[2]。中国药典 2000 年版中尚未制订延胡索的含量测定方法,为有效控制本品质量,现采用高效液相色谱法测定延胡索中延胡索乙素的含量。

1 仪器与试剂

HP1100 系列高效液相色谱仪(包括 G1311 四元泵,G1322 自动进样器,G1322 脱气机,G1314A 紫外可见检测器,G1316 柱温箱,配备 HP 工作站);岛津 UV-260 紫外可见分光光度计。

甲醇为色谱纯,水为重蒸馏水,其余为分析纯。

延胡索乙素对照品(由中国药品生物制品检定所提供,供含量测定用,批号为 0726-9906),延胡索药材 12 批,来源见表 2。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

2.1.1 检测波长的选择 取延胡索乙素对照品溶液,置紫外-可见分光光度计中进行光谱扫描,结果显示在 280.6nm 处有最大吸收波长,故选择 280nm 作为检测波长。

2.1.2 流动相的选择 结合延胡索乙素的化学性质,曾试验甲醇-磷酸盐缓冲液、乙腈-磷酸盐缓冲液、甲醇-0.1%磷酸、甲醇-0.1%磷酸(三乙胺调 pH 值至 6.0)等流动相试验,结果以甲醇-0.1%磷酸(三乙胺调 pH 值至 6.0)分离效果最佳且峰形良好。

2.1.3 色谱条件 色谱柱: AgiLent zobax Extend C₁₈柱(250×4.6mm,5μm); 流动相: 甲醇-0.1%磷酸(三乙胺调PH值至6.0)(55:45); 柱温: 35℃; 流速: 1.0mL/min; 检测波长: 280nm; 进样量: 10μL;

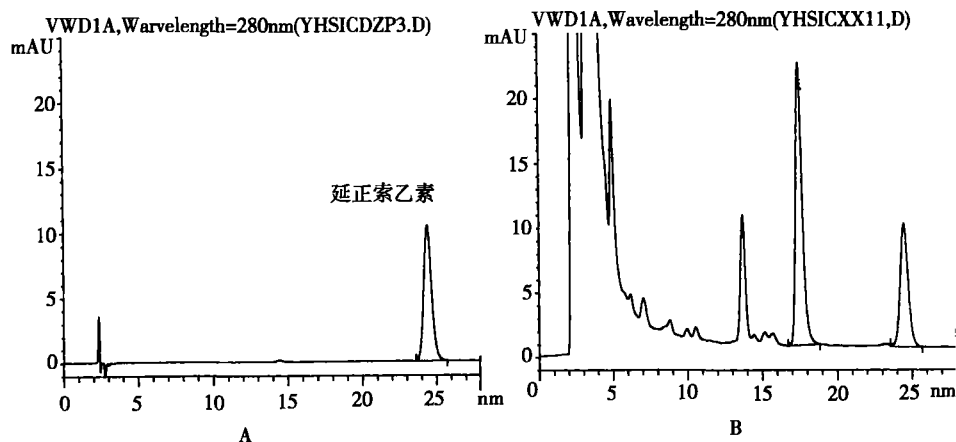


图1 延胡索乙素对照品(A)和延胡索药材供试品(B)色谱图

2.2 对照品溶液的制备 精密称取以五氧化二磷为干燥剂减压干燥24h的延胡索乙素对照品适量,加甲醇每1mL含46μg的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约0.5g[同时另取本品粉末测定水分(中国药典2000版一部附录IX H 第一法)],精密称定,置瓶底烧瓶中,精密加入氨水-甲醇(1:20)50mL,称定重量,冷浸1h后加热回流1h,放冷,再称定重量,用氨水-甲醇(1:20)补足减失的重量,摇匀,滤过,精密吸取续滤液25mL,蒸干,残渣加甲醇溶解,定量转移至5mL量瓶并稀释至刻度,摇匀,即得。

2.4 线性关系考察 分别精密吸取延胡索乙素对照品溶液(114.72μg/mL)1,2,4,6,8,10,12μL,注入液相色谱仪,以色谱峰面积(Y)对进样量(X)进行线性回归,得线性方程为: $Y = 0.838X - 2.4029$, $r = 0.9998$,显示延胡索乙素对照品在115~137.6ng范围内线性关系良好。

2.5 稳定性试验 取供试品溶液,按以上色谱条件,每隔一定时间进样1针,测定峰面积,结果RSD为0.3%,显示供试品溶液在室温下放置39h内稳定。

2.6 重复性试验 精密称取样品6份,按“2.3”项下方法制备供试品溶液,分别测定每份的含量,测得平均含量为0.830mg/g, $RSD = 1.4\%$ ($n = 6$)。

2.7 回收率试验 采用加样回收法,取已知含量的样品0.25g,精密加入延胡索乙素对照品溶液适量,按“2.3”项下方法制备供试品溶液,测定供试品溶液中延胡索乙素含量,计算回收率,结果见表1。

理论板数应不低于2500。

在此色谱条件下,供试品中的延胡索乙素与其他杂质峰可达到基线分离,见图1。

表1 回收率试验结果

原有量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率%	平均回 收率%	RSD (%)
0.2083	0.1836	0.392	100.33		
0.2088	0.1836	0.391	99.24		
0.2091	0.2294	0.439	100.41		
0.2084	0.2294	0.431	97.17	99.2	1.5
0.2091	0.2753	0.486	100.39		
0.2094	0.2753	0.478	97.49		

2.8 样品测定结果

依法测定延胡索中延胡索乙素的含量,结果见表2。

表2 样品含量测定结果

编号	来源	延胡索乙素 含量(%)		平均 含量(%)
01	浙江中医学院饮片厂	0.0502	0.0499	0.050
02	杭州凯伦医药有限公司	0.1003	0.1001	0.100
03	杭州华东医药有限公司	0.0877	0.0865	0.087
04	山东省药检所	0.0938	0.0923	0.093
05	江苏省药检所	0.0646	0.0619	0.063
06	浙江省药检所	0.0902	0.0903	0.090
07	浙江省药检所	0.0909	0.0864	0.089
08	浙江省药检所	0.0714	0.0712	0.071
09	浙江省药检所	0.1054	0.1036	0.105
10	浙江省药检所	0.1132	0.1139	0.114
11	浙江省药检所	0.0933	0.0948	0.094
12	山东省药检所	0.0871	0.0840	0.086

3 讨论

3.1 提取溶剂的选择 根据延胡索乙素为叔胺类

生物碱难溶于水而易溶于有机溶剂的性质,分别考察了甲醇、乙醇、氯仿及氨水-甲醇(1:20)等溶剂对含量测定结果的影响,结果氨水-甲醇(1:20)提取效率明显较其它溶剂高,故实验选择以氨水-甲醇(1:20)作为提取溶剂。

3.2 提取方法的选择 分别比较了加热回流提取、超声提取及索氏提取等方法,结果超声提取效率偏低,回流和索氏提取结果相仿,但由于后者费时故选择加热回流提取。另对回流时间进行了比较,认为回流提取 1 小时即可提取完全。

3.3 实验中考察了柱温对分离度及柱效的影响 分别采用 40℃、35℃、30℃、25℃、20℃、15℃ 等柱温,结果显示随着柱温的升高,保留时间缩短,且柱温每增加 1℃,保留时间缩短约 1.5%,这与相关文献报道是基本一致;柱温每增加 1℃,保留值(K)通常能减小(1~2)%,特别是在分离可电离样品时,温度的选择性就显得更加明显。而柱温升高,对分离度无明显的影响,但理论板数显著提高,柱效增强。由上认为采用较高柱温可缩短分离时间,提高效率。但柱温过高,对色谱柱的要求较高,综合以上各因素,故选用 35℃ 的柱温。

3.4 实验中分别比较了 AgiLent zorbax Extend C₁₈、Discovery C₁₈、ALLtima C₁₈、Dikma DiamonsiL C₁₈、AgiLent zorbax ODS 等不同色谱柱对分离延胡索乙

素的影响,结果:AgiLent zorbax Extend C₁₈、Discovery C₁₈、Dikma DiamonsiL C₁₈、AgiLent zorbax ODS 对分离延胡索乙素效果较好,均能达到良好的分离。其中前两者延胡索乙素与其他杂质峰的分度度可达到 7 以上;采用 Dikma DiamonsiL C₁₈ 分离度也可达到 1.5 以上,且峰形亦良好;而采用 ALLtima C₁₈ 柱延胡索乙素色谱峰不能与其他杂质峰完全分离,且显示有前沿峰。由此可见虽同为以十八烷基键合硅胶为填料色谱柱,但由于硅胶的原料、纯度的区别,键合技术和封端技术的不同等原因,致使色谱分离结果相差较大。因此在制订含量测定方法确定色谱条件时应考察在不同色谱柱下的分离效果,尤其是中药本身成分复杂,干扰组分多,通过比较不同色谱柱的分离结果从而确定最佳分析条件,可使分析方法更具适用性。

3.5 对 12 批延胡索药材进行了测定,结果延胡索乙素含量结果较为集中,基本在 0.07%~0.1% 之间,为制订延胡索药材延胡索乙素含量限度指标提供了参考依据。

参考文献:

- [1] 苗明三. 现代实用中药质量控制技术[M]. 人民卫生出版社. 2000. 435
- [2] 刘国卿,等. 药学学报. 1983(9): 641.

收稿日期:2003-10-28

RP-HPLC 法测定复方当归滴丸中阿魏酸的含量

张悦晗, 张爱华, 钟小群(江西省药物研究所, 江西 南昌 330029)

摘要 目的:建立复方当归滴丸的含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法 ALLtima C₁₈ 色谱柱,流动相:甲醇-1%冰醋酸溶液(30:70),检测波长 323nm。结果:平均回收率 98.90% (RSD=0.87%)。结论:本法简便,准确可行,适用于该制剂的质量控制。

关键词 反相高效液相色谱法;阿魏酸;复方当归滴丸;含量测定

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2003)06-0353-03

Determination of ferulic acid in Fufang Danggui Diwan by HPLC

ZHANG Yue-han, ZHANG Ai-hua, ZHONG Xiao-qun(The institute of materia medica of Jiangxi Province, Nanchang 330029, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To determine the content of ferulic acid in Fufang Danggui Diwan. **METHODS:** HPLC was used. the mobile phase consisted of methanol-1% glacial acetic acid (30:70). detection wavelength was 323nm. **RESULTS:** The average recovery rate was 98.90% with a RSD of 0.87%. **CONCLUSION:** The method is easy to operate, with accurate and reliable result. It is suitable for the quality control for Fufang Danggui