

# 高效液相色谱法测定生桂口服液中桂皮醛含量

雷灼雨, 巴国际

(重庆市药品检验所, 重庆 400015)

**摘要:**目的 建立生桂口服液中桂皮醛的含量测定方法。方法 采用反相高效液相色谱法, 色谱柱为 Diamonsil C<sub>18</sub> 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm), 甲醇-水-冰醋酸(45:55:0.5)为流动相, 流速为 1.0 mL/min, 测定波长为 274 nm。结果 方法的平均回收率为 99.39%, RSD = 0.27%, 桂皮醛的线性范围是 25.2~201.4 μg/mL。结论 所建立的方法准确、可靠, 能满足该产品的质量控制要求

**关键词:** 生桂口服液; 桂皮醛; 反相高效液相色谱法

中图分类号: R284.1; R286.0

文献标识码: A

文章编号: 1006-4931(2007)04-0035-01

生桂口服液是某制药公司生产的治疗鼻炎的口服制剂, 主要成分为桂枝、白芍、大枣、生姜等, 具有解肌发表、调和营卫的功效, 用于改善肺气虚寒所致鼻痒、鼻塞、流涕、畏寒等症。其质量标准中采用高效液相色谱法测定肉桂酸(C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>)的含量, 但目前中国药品生物制品检定所尚无肉桂酸对照品, 只有分析纯试剂, 不符合含量测定要求。笔者采用反相高效液相色谱法(RP-HPLC法)测定产品中桂皮醛的含量, 效果满意, 报道如下。

## 1 仪器与试剂

HP 1100 型自动高效液相色谱仪(美国), G1311A 泵, G1315ADAD 二极管阵列检测器; 色谱工作站。桂皮醛对照品(中国药品生物制品检定所, 批号为 710-200011); 生桂口服液(厂家提供); 甲醇为色谱纯; 冰醋酸为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

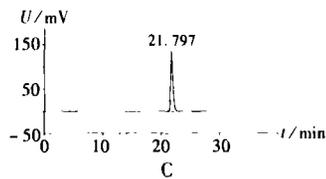
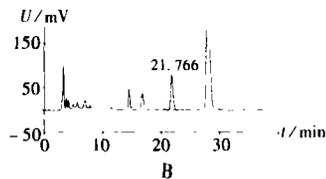
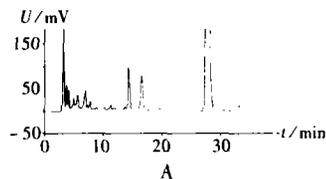
色谱柱: Diamonsil C<sub>18</sub> 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(45:55:0.5); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 274 nm; 进样量: 10 μL。在此色谱条件下, 色谱图见图 1。

### 2.2 对照品溶液配制及线性关系考察

精密称取桂皮醛对照品 25.18 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 作为对照品贮备液。精密吸取该贮备液 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 3.0, 4.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 分别进样 10 μL。以峰面积为纵坐标、对照品质量浓度为横坐标绘制标准曲线, 得回归方程  $A = 0.5345C - 0.1402$ ,  $r = 0.9995$  ( $n = 6$ )。结果表明, 桂皮醛质量浓度线性范围为 25.2~201.4 μg/mL。

### 2.3 精密度的试验

进样重现性试验: 取质量浓度为 0.8012 mg/mL 的桂皮醛对照



A. 阴性对照品溶液  
B. 供试品溶液  
C. 对照品溶液  
图 1 高效液相色谱图

## 3 讨论

曾对不同比例的甲醇-0.025 mol/L 乙酸铵缓冲液流动相进行了试验, 发现以甲醇-0.025 mol/L 乙酸铵溶液(75:25)为流动相时样品峰分离较好。在此比例下还考察了缓冲液的 pH 值, 当 pH 值为 4.9 时, 保留时间延长, 峰形拖尾更大; 当 pH 值为 4.8 时, 样品峰分离较好。故选甲醇-0.025 mol/L 乙酸铵(pH 值为 4.8)溶液(75:25)为流动相, 但在此流动相下, 主峰有些拖尾, 加三乙胺能明

显改善拖尾现象<sup>[2]</sup>, 因此在乙酸铵中加 0.2% 三乙胺作为扫尾剂。

中间精密度试验: 将被测溶液在 0~8 h 进样测定。结果峰面积基本不变, 表明被测溶液在 8 h 内较稳定。

### 2.4 加样回收试验

精密吸取已知含量的生桂口服液, 再分别加入桂皮醛对照品适量, 按上述色谱条件测定并计算回收率, 结果见表 1。

表 1 桂皮醛加样回收试验结果

样品含量(μg/mL)	加入量(μg/mL)	测得量(μg/mL)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	RSD(%)
86.2	78.1	163.6	99.10		
84.1	78.3	161.9	99.36		
60.5	57.4	117.4	99.13	99.22	0.28
60.7	57.8	118.3	99.65		
40.2	35.8	75.6	98.88		
40.3	35.5	75.5	99.15		

### 2.5 样品含量测定

精密吸取装量差异项下的本品 5 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm 的微孔滤膜滤过, 取续滤液 10 μL 进样, 依法测定, 按外标法以峰面积计算桂皮醛含量。结果批号为 041101, 041102, 041103, 040601, 040602, 040603 的 6 批样品中桂皮醛含量分别为 0.86, 0.84, 0.76, 0.72, 0.96, 1.07 mg/支 ( $n = 5$ )。

## 3 讨论

3.1 通过 DAD 检测器对桂皮醛进行色谱检测, 可确定最佳测定波长为 274 nm; 通过对流动相比例的调节, 可保证样品中桂皮醛与其他组分的良好分离。

3.2 桂皮醛的测定多采用气相色谱法。本文用 RP-HPLC 法, 样品处理简单、方便, 能准确测定桂皮醛的含量, 因此, 该法可用于生桂口服液的质量控制。

### 参考文献:

- [1] 林佳, 余丽珍. 桂枝中桂皮醛、肉桂酸的含量与分布研究[J]. 中国药理学杂志, 2005, 40(23): 1784.
- [2] 李生有. 高效液相色谱法测定胃痛七味散胶囊中桂皮醛的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2005, 25(3): 248.

(收稿日期: 2006-03-16; 修回日期: 2006-10-30)

显改善拖尾现象<sup>[2]</sup>, 因此在乙酸铵中加 0.2% 三乙胺作为扫尾剂。

### 参考文献:

- [1] 王泽民, 康葵, 冯梅. 当代结构药物全集[M]. 北京: 科学技术出版社, 1991: 2495.
- [2] 张仁斌, 许修容. 高效液相色谱在医药研究中的应用[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1983: 109.

(收稿日期: 2006-05-17; 修回日期: 2006-10-24)