

表 1 样品测定结果

批号	样品溶出度测定结果			平均值 /%	样品含量均匀度测定结果					A + 1.80S
	甲磺酸二氢麦角隐亭 A/%				甲磺酸二氢麦角隐亭 A/%					
57 648	101	99	104	102	103.8	107.3	107.6	104.5	102	9.29
	102	105	101		107.4	107	105	102.7	107.1	
56 930	97	90	101	101	102.1	107.5	103.3	102.3	103.3	6.36
	109	106	101		102.6	102.5	102.3	104.5	101.5	
54 975	110	104	108	102	108.4	104.6	106.4	103.4	101.8	11.59
	100	95	93		105.9	110.8	110.1	105.6	107.6	

能准确而简便快捷地测定该药的溶出度和含量均匀度,而且重现性好(见表 2)。

表 2 比色法与 HPLC 法测定结果比较

批号	样品溶出度测定结果(平均值/%)		样品含量均匀度测定结果(A + 1.80S)		比色法	HPLC 法
	比色法		HPLC 法			
057648	99		102		17.46	9.29
056930	90		101		21.04	6.36
054975	96		102		21.34	11.59

3.2 溶液的稳定性

取溶出度测定的供试品溶液在室温自然光下长时间放置后依法测定。发现样品中甲磺酸二氢麦角隐亭 A 的浓度会明显变小,说明样品在 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸溶液中不稳定。建议溶出度对照品溶液临用新配。

参考文献

- [1] 胡文锋,崔乃杰,高仲阳. 国家基本药物及新特药临床指南[M]. 天津:天津科技翻译出版公司,1996:316.
- [2] 何雨蓝,胡家焱. 活血素片中甲磺酸二氢麦角隐亭 A 和咖啡因含量测定方法的研究. 广东药学院学报. 2000,16(3):186.
- [3] 中国药典. 2005 年版二部. 附录 73.

高效液相色谱法测定人参五味子颗粒中五味子醇甲的含量

李慧,孙艳杰,王路宏(吉林省四平市食品药品检验所,四平 136000)

摘要 目的: 建立人参五味子颗粒中五味子醇甲的含量测定方法。**方法:** 色谱柱为 Diamonsil C_{18} (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-水(65:35); 流速为 $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$; 柱温为 $30 \text{ }^\circ\text{C}$, 检测波长: 250 nm; 进样量为 $10 \mu\text{L}$, 外标法计算含量。**结果:** 五味子醇甲在 $0.06244 \sim 1.2488 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内峰面积与浓度具有良好的线性关系, $A = 2189.6C$, $r = 1.0000$, 平均回收率为 99.0% RSD 为 1.8% ($n = 6$)。**结论:** 方法简便, 准确, 可为标准的修订提供可行的依据。

关键词: 人参五味子颗粒; 五味子醇甲; 高效液相色谱法

中图分类号: 921.2 文献标识码: A 文章编号: 1009-3656(2009)-1-57-3

Determination of Schisandrin in Renshen Wuweizi Granules by HPLC

Li Hui, Sun Yan-jie, Wang Lu-hong (Sipin Institute for Food and Drug Control of Jilin Province, Sipin 136000)

Abstract Objective: To establish the determination method for Schisandrin in Renshen Wuweizi Granules. **Methods:** A Diamonsil C_{18} column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); the mobile phase was methanol-water (65:35) and the flow rate was $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. The column temperature was $30 \text{ }^\circ\text{C}$. The detection wavelength was 250 nm. Sample volume was $10 \mu\text{L}$. The quantitative analysis used external standard method. **Results:** The linear range was $0.06244 \sim 1.2488 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, $A = 2189.6C$, $r = 1.0000$. The average recovery rate was 99.0%, RSD = 1.8%, ($n = 6$). **Conclusion:** The method is simple and accurate. It can offer the feasible basis for revision of the standard.

Key words: HPLC; Renshen Wuweizi Granules; Schisandrin

人参五味子颗粒由五味子、人参加蔗糖粉制成。具有益气敛阴, 安神镇静。用于病后体虚, 神经衰弱。原标准未制定五味子含量测定方法。研究表

作者简介: 李慧, 女, 主管药师。学科及研究方向: 药品检验。联系电话: 0434-3256832。

明,五味子醇甲是五味子的主要活性成分,具有收敛固涩,益气生津,补肾宁心等作用。本试验建立了高效液相色谱法测定人参五味子颗粒中五味子醇甲含量的方法,方法简便、准确、重复性好。

1 材料

日本岛津 LC-2010AHT 高效液相色谱仪,LCs-lution 工作站;五味子醇甲对照品(购自中国药品生物制品检定所)批号:1110857-200507;人参五味子颗粒(市售)。甲醇为色谱纯,水为纯化水,其它试剂均为分析纯。使用前经五氧化二磷减压干燥 24 h。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱 Diamonsil C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); LCs-lution 工作站,流动相:甲醇-水(65:35);流速:1 mL · min⁻¹;检测波长:250 nm;柱温:30 °C,进样量:10 μL,理论板数按五味子醇甲峰计算应不低于 4 000。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取五味子醇甲对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 60 μg 的溶液,即得。

2.2.2 供试品溶液 取人参五味子颗粒 10 袋内容物,精密称定,研细,取约 5 g,精密称定,精密加入甲醇 25 mL,超声处理 20 min(功率 200 W,频率 55 kHz),放冷至室温,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.3 阴性对照试验 按外方比例和工艺,同法制成缺五味子的阴性对照品,按供试品溶液制备方法制备即得。

2.3 专属性

精密吸取供试品溶液、阴性对照溶液、对照品溶液各 10 μL,注入色谱仪中,由色谱图可知,在与对照品色谱峰保留时间相应的位置上,供试品溶液具有相同的保留时间的色谱峰出现,而阴性对照溶液在此峰位无吸收,对本品中五味子醇甲的测定无干扰。色谱图见图 1。

2.4 标准曲线的制备

精密称取五味子醇甲对照品适量加甲醇制成每 1 mL 含 62.44 μg 的溶液,分别精密吸取 1, 5, 10, 15, 20 μL 测定,以对照品进样量为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,计算回归方程, $A = 2189.6C$, $r = 1.0000$,结果表明五味子醇甲在 0.06244 ~ 1.2488 μg 内具有良好的线性关系。

2.5 精密度试验

精密吸取上述对照品溶液 10 μL,注入液相色谱仪,重复 5 次测定其色谱峰面积值 RSD 为

0.09%,表明精密度良好。

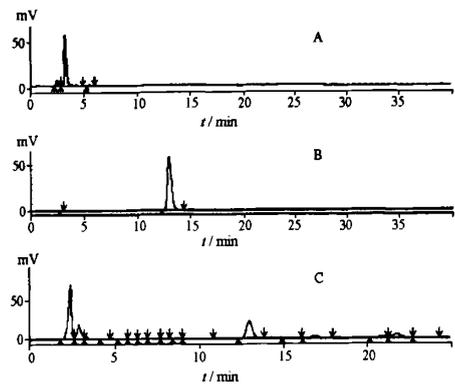


图 1 五味子醇甲色谱图

A. 阴性对照溶液; B. 对照品溶液; C. 供试品溶液

2.6 重复性试验

取同一批供试品(批号 20050601)5 份,按“2.2.2”项下分别制备供试品溶液,依法测定,照“2.1”项下的方法进样,得五味子醇甲含量的 RSD 为 0.92%。结果表明本法具有良好的重复性。

2.7 稳定性试验

精密吸取同一批供试品溶液,室温放置,分别于 0, 2, 4, 8, 24 h 按上述色谱条件进样,测得五味子醇甲峰面积 RSD 为 0.62% 结果表明 24 h 内供试品溶液基本稳定。

2.8 回收率试验

精密吸取已知含量的供试品(20050602,含量为 0.327 mg/袋)2.5g,精密称定,分别加对照品溶液(0.00722 g · L⁻¹)25 mL 共 6 份,照“2.1”项下的方法进样,计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验结果(n=6)

No.	取样量 /g	样品含量 /mg	加标量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%
1	2.5052	0.163	0.18	0.338	97.22
2	2.5037	0.163	0.18	0.342	99.44
3	2.5045	0.163	0.18	0.34	98.33
4	2.5034	0.163	0.18	0.347	102.22
5	2.5050	0.163	0.18	0.339	97.78
6	2.5061	0.163	0.18	0.341	98.89

由表 1 可知,测得平均回收率 99.0%,RSD = 1.8% 回收率较好。

2.9 样品测定

取样品 3 批,按“2.2.2”项下分别制备供试品溶液,以“2.1”项下色谱条件测定,每批样品测定三次,取平均值,按外标法计算含量。结果见表 2。

3 讨论

对提取方法采用了超声处理 10, 20, 30 min 的条件和回流处理 20, 40, 60 min 的条件进行比较,结

果采用了方法简便,且提取效果好的超声处理 20 min 为提取条件。

表 2 样品中五味子醇甲的含量测定结果($n=3$)

批号	含量(mg/袋)	平均含量	RSD/%
20050601	0.347	0.344	1.8
	0.348		
	0.337		
20050602	0.352	0.349	0.9
	0.348		
	0.346		
20050603	0.327	0.330	1.1
	0.329		
	0.334		

对流动相的选择采用了分别以甲醇-水(68:32)、甲醇-水(67:33)、甲醇-水(66:34)、甲醇-水(65:35)进行比较试验。结果表明,以甲醇-水(65:35)效果为好。

研究资料表明^[1],目前市上销售的五味子颗粒中,有效成分含量甚微。因此为保证其疗效,对其含量加以控制,是十分有必要。

参考文献

- [1] 李霞. 五味子配方颗粒工艺研究[J]. 中成药, 2006, 28(8):1122.

HPLC 法测定咳特灵胶囊中马来酸氯苯那敏的含量

冯向东¹, 高光伟², 黄海欣¹ (河南省南阳市药品检验所, 南阳 473000; 2. 南阳市中心医院, 南阳 473000)

摘要 目的:建立咳特灵胶囊中马来酸氯苯那敏的含量测定方法。方法:采用 HPLC 法,使用 C_{18} 柱,流动相为 $-0.05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KH}_2\text{PO}_4$ 溶液-三乙胺-磷酸(10:90:0.02:0.03);流速 $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$;柱温 $35 \text{ }^\circ\text{C}$;检测波长为 219 nm 。结果:马来酸氯苯那敏进样量在 $0.035\text{--}0.173 \mu\text{g}$ 范围内呈良好线性关系,平均回收率($n=9$)不低于 98%。结论:本法简便,快捷,结果令人满意,可作为咳特灵胶囊的质量控制方法之一。

关键词:HPLC;咳特灵胶囊;马来酸氯苯那敏;含量

中图分类号:921.2 文献标识码:A 文章编号:1009-3656(2009)-1-59-3

Determination of Chlorphenamine Maleate in Keteling Capsule by HPLC

Feng Xiang-dong¹, Gao Guang-wei², Huang Hai-xin¹ (1. Nanyang Institute for Drug Control, Nanyang 473000; 2. The Control Hospital of Nanyang, 473000)

Abstract Objective: To establish a method for determining the content of Chlorphenamine Maleate in Keteling Capsule. **Methods**: The separation was performed in the C_{18} column at $35 \text{ }^\circ\text{C}$. The mobile phase consisted of acetonitrile $-0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ potassium phosphate monobasic-triethylamine-phosphoric acid (10:90:0.02:0.03) with flow rate $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. The detective wavelength was set at 219 nm . **Results**: The calibration curves were linear in the ranges of $0.035\text{--}0.173 \mu\text{g}$ for Chlorphenamine Maleate, the average recoveries were not less than 98%. **Conclusion**: The method is simple and rapid with satisfactory results. It is suitable for quality control of Keteling Capsule.

Key words: HPLC; Keteling Capsule; Chlorphenamine Maleate; Content

咳特灵胶囊由小叶榕干浸膏与马来酸氯苯那敏 2 种成分制成,为一中西药复方制剂,功能镇咳、祛痰、平喘、消炎,用于咳嗽及慢性支气管炎的治疗。原标准^[1]中马来酸氯苯那敏采用的是限度检查的方法控制含量。该方法需多次提取,操作步骤繁琐,最后一步是与锌试剂反应测吸光度。但在测定进

收值一直下降,造成数据不准确,导致实验误差很大,实际上此法不能控制马来酸氯苯那敏含量。为准确评价其质量,本文选用合适的提取溶剂及流动相,在 C_{18} 柱上分离、测定马来酸氯苯那敏含量,样品不须特殊处理,具有准确、快捷无干扰的优点。

1 仪器与试剂

作者简介:冯向东,男,主管药师。学科及研究方向:药品检验、药品标准化研究。联系电话:13838708436。

高效液相色谱法测定人参五味子颗粒中五味子醇甲的含量

作者: [李慧](#), [孙艳杰](#), [王路宏](#), [Li Hui](#), [Sun Yan-jie](#), [Wang Lu-hong](#)
作者单位: [吉林省四平市食品药品检验所, 四平, 136000](#)
刊名: [中国药品标准](#)
英文刊名: [DRUG STANDARDS OF CHINA](#)
年, 卷(期): 2009, 10(1)

参考文献(1条)

1. [李霞](#) [五味子配方颗粒工艺研究](#)[期刊论文]-[中成药](#) 2006(08)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgypbz200901021.aspx