

毛细管气相色谱法测定固本咳喘片中补骨脂素和异补骨脂素的含量

邢旺兴¹, 陈斌², 宓鹤鸣², 吴玉田², 陈士景¹ (1. 解放军第117医院, 杭州 310013; 2. 第二军医大学药学院, 上海 200433)

摘要 目的: 建立超声提取毛细管气相色谱(CGC)法分离测定中成药固本咳喘片中有效成分补骨脂素和异补骨脂素的含量测定方法。方法: 采用HP-5毛细管柱, 氢火焰离子检测器, 以超声法提取样品, 用蒽作内标物, 内标二点法定量。结果: CGC对补骨脂素和异补骨脂素能达到完全分离。结论: 该法是固本咳喘片质量控制的简便易行的方法之一。

关键词 超声萃取; 补骨脂素; 异补骨脂素; 气相色谱法

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2002)02-0096-02

Determination of the psoralen and iopsoralen in Gubenkechuan tablets by CGC method

XING Wang-xing¹, CHEN Bin², MI He-ming², WU Yu-tian², CHEN Shi-jing¹ (1. The 117th Hospital of PLA, Hangzhou 310013, China; 2. Department of Analysis, College of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish capillary gas chromatography(CGC) method for quantitative analysis of the effective components (psoralen and iopsoralen) in Gubenkechuan tablets which extracted by ultrasound method. **METHODS:** The psoralen and iopsoralen were extracted by ultrasound method, the CGC method is used to separate and determine them using HP-5 capillary column, detected with FID and with two-point method using anthracene as internal standard. **RESULTS:** The psoralen and iopsoralen were separated fully by the CGC method. **CONCLUSION:** The CGC method is a simple and reliable method in the quality control of Gubenkechuan tablets

KEY WORDS ultrasound extraction; psoralen; iopsoralen; gas chromatography method

固本咳喘片为国家中药保护品种, 是常用中药之一。由补骨脂、党参、白术、茯苓、甘草等组成, 具有益气固表、健脾补肾等功效; 用于治疗慢性支气管炎、肺气肿、支气管哮喘、支气管扩张等症, 疗效满意^[1]。目前对固本咳喘片的质量评价以定性检查为主, 未见定量检查指标。因此我们建立了用超声法提取及毛细管气相色谱(CGC)法测定固本咳喘片中有效成分补骨脂素和异补骨脂素的含量, 为固本咳喘片进行质量控制提供科学依据。

1 仪器与试剂

Transsonis-310 超声波清洗器(西德 Elma 公司), 气相色谱仪为 HP-5890 Series II, FID 检测器, HP-3365 化学工作站(美国 Hewlett-Packard 公司), HM-202 十万分之一电子天平(日本 A&G 有限公司)。

补骨脂素(批号: 739-9203) 和异补骨脂素(批

号: 738-9404) 均由中国药品生物制品检定所提供; 蒽(光谱纯, 上海试剂一厂); 固本咳喘片(浙江台州制药厂); 氯仿、甲醇、石油醚等均为分析纯。

对照品溶液: 精密称取 105℃干燥至恒重的补骨脂素和异补骨脂素适量, 分别用氯仿配成 0.548 mg·ml⁻¹, 0.534 mg·ml⁻¹ 溶液, 置 4℃冰箱放置。

内标液配制: 精密称取蒽适量, 用氯仿配成 2.00 mg·ml⁻¹ 溶液, 置 4℃冰箱放置。

2 实验与结果

2.1 色谱条件

气化温度 280℃, 检测器温度 280℃, 载气 N₂, 25m×0.32mm×0.52μm, HP-5 柱(crosslinked 5% Ph Me Silicone)。柱头压 55kPa, 分流比 100:1, 内标为蒽, 进样量: 1 μl, 补骨脂素、内标和异补骨脂素的保留时间分别为 7.48, 7.95 及 8.60min。

2.2 萃取条件的考察

以石油醚、氯仿和甲醇为溶媒分别超声处理,余按“2.6 样品含量测定”项下进行,结果以氯仿提取为好。

分别采取索氏提取 8h,及超声 30、60、90、120min 进行提取,余按“2.6 样品含量测定”项下进行,结果以超声处理 60min 较为完全而简单。

2.3 标准曲线制备

分取标准液 25, 50, 100, 200, 400, 600 μ l 于 10ml 量瓶中,加入内标溶液 50 μ l,用氯仿稀释至刻度,按上述色谱条件进行气相色谱分析。以峰面积比(Y)对含量(X, $\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$)绘制标准曲线,其回归方程为:补骨脂素 $Y = 32.62X - 0.01027$, $r = 0.9999$,异补骨脂素 $Y = 34.23 - 1.415 \times 10^{-3}$, $r = 0.9997$;线性范围分别为 2.192~ 54.80 $\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$ 和 2.136~ 53.40 $\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$ 。

2.4 精密度试验

按“2.6 样品含量测定”项下方法于日内分别在 4, 8, 12h, 于日间分别在 1, 2, 3d 测定 3 个不同浓度的对照品混合溶液,分别进样 3 次,计算实际测量值和相对标准偏差,结果补骨脂素日内精密度及日间精密度分别为 1.02% ~ 2.33%, 1.92% ~ 3.41%, 异补骨脂素为 0.90% ~ 1.98%, 1.21% ~ 2.64%。

2.5 加样回收试验

精取药粉约 1.0g 共 3 份,定量加入对照品混合溶液适量,挥干,按“2.6 样品含量测定”项下方法提取测定,同时做样品对照;测得加样回收率分别为补骨脂素 97.12% (RSD 3.11%, $n = 3$),异补骨脂素 101.21% (RSD 2.41%, $n = 3$)。

2.6 样品含量测定

将固本咳喘片去薄膜衣,于 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 3h 后碾成细粉(60 目),精密称取约 1.0g 置 10ml 容量瓶

中,,氯仿定容至 10ml,超声处理 60min,冷却至室温,准确加入内标 100 μ l,并补充溶媒至原体积,滤过;取续滤液直接进样 1 μ l 进行气相分析,并计算补骨脂和异补骨脂的含量,结果见表 1。

表 1 固本咳喘片中补骨脂素和异补骨脂素的含量(mg/g , $n = 3$)

样品批号	补骨脂素 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	异补骨脂素 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD (%)
A	0.125	0.131	3.05
B	0.079	0.089	1.98

3 讨论

补骨脂素和异补骨脂素为异构体,文献曾有用不锈钢填充柱的 GC 法分离补骨脂素和异补骨脂素的报告^[2],文献作者认为 GC 法较薄层扫描法稳定性性能好,但分离度仍不太理想,并且分析时间长,柱易被污染;CGC 法的柱效远远高于普通 GC 法,分离补骨脂素和异补骨脂素的效果非常好,在完全分离的情况下还能在两峰之间插入内标葱,明显优于文献方法^[2],既无需 Al_2O_3 柱预处理,也不用浓缩及程序升温等步骤。

超声提取法的提取效率与索氏提取法相近,但操作简便,快速,样品萃取后无需预处理可直接进样分析,节约了大量时间和精力;因此超声提取 CGC 法在该类药物的质量控制方面有着重要意义。

参考文献:

[1] 中医研究院西苑医院呼吸病研究室.扶正固本丸防治慢性支气管炎远期疗效观察—附 140 例分析[J]. 中西医结合杂志, 1984, 4(1): 32.
 [2] 姚三桃,杨 滨,徐植灵.气相色谱法测定补骨脂中的有效成分[J]. 中国中药杂志, 1996, 21(31): 394.

收稿日期: 2001- 09- 28

HPLC 法测定诺氟沙星胶囊含量的改进

李 铭(北海市药品检验所, 北海 536000)

摘要 目的:改进诺氟沙星胶囊含量 HPLC 测定方法。方法:采用反相高效液相色谱法。色谱柱: Spherisorb C_{18} 柱,流动相:磷酸-三乙胺缓冲液:水:乙腈(60:30:10),流速:1.0 $\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$,检测波长:278nm。结果:诺氟沙星的浓度在 4.8~ 96 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 范围内线性关系良好,回归方程: $A = 2.19 \times 10^4 + 7.40 \times 10^4 C$ ($r = 0.99998$),加样回收率平均值为 98.5%。 $RSD = 0.5\%$, $n = 5$)。结论:用本方法测定诺氟沙星胶囊的含量快速、重现性好、专属性强、结果准确可靠。

关键词 诺氟沙星胶囊;高效液相色谱法;含量测定

中图分类号: R927 文献标识码: A 文章编号: 1006- 0111(2002)02- 0097- 03