

高效液相色谱法测定烈香杜鹃油滴丸中苯基丙酮含量

张莉¹, 袁永生^{2*}

(1. 北京联合大学, 北京 100012; 2. 北京天科仁祥医药科技有限公司, 北京 100101)

[摘要] 目的: 建立高效液相色谱(HPLC)法测定烈香杜鹃油滴丸中苯基丙酮的含量。方法: 色谱柱为 Kromasil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水(45:55), 流速为 1.0 mL · min⁻¹, 检测波长为 258 nm。结果: HPLC 法分离良好, 样品中杂质不干扰苯基丙酮的测定。苯基丙酮进样量在 1.5 ~ 75 μg 内与峰面积线性关系良好, $r=0.9999$ ($n=7$), 平均回收率为 101.3%, RSD 1.3%。结论: 本方法简单、准确、专属性强, 可控性强, 重复性好, 可用于烈香杜鹃油滴丸中苯基丙酮的含量测定。

[关键词] 烈香杜鹃油滴丸; 苯基丙酮; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)10-0086-03

HPLC Determination of Benzyl Acetone in Rhododendron Anthopogonoides Volatile Oils Pills

ZHANG Li¹, YUAN Yong-sheng^{2*}

(1. Beijing union university, Beijing 100012, China; 2. Beijing Techsky Crop., Beijing 100101, China)

[Abstract] Objective: To establish a HPLC method to determine the content of benzyl acetone in Rhododendron anthopogonoides volatile oils pills. **Method:** The HPLC method was used. The Kromasil C₁₈ column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) and the mobile phase composed of acetonitrile -water(45:55) were adopted. The flow rate was 1.0 mL · min⁻¹ and the wave length was 258 nm. **Result:** The impurity in samples did not interfere with the determination of benzyl acetone. The benzyl acetone showed a good linear relationship in the range of 1.5 ~ 7.5 μg. the correlation coefficient was 0.9999 and the average recovery rate was 101.3%. **Conclusion:** The method is simple, accurate and effective, which may be used for the quality control of Rhododendron anthopogonoides volatile oils pills.

[Key words] Rhododendron anthopogonoides volatile oils pills; benzyl acetone; HPLC

烈香杜鹃油滴丸是采用现代工艺制备的速效制剂, 具有镇咳祛痰, 平喘的功效, 主要用于治疗慢性气管炎^[1]。采用烈香杜鹃 *Rhododendron anthopogonoides* Maxim 挥发油为原料, 加入水溶性基质聚乙二醇等制得滴丸。文献报道苯基丙酮是烈香杜鹃挥发油中具有镇咳祛痰、平喘作用的主要药效成分^[2], 且其含量较高^[3]。为了更好的控制烈香杜鹃油滴丸的质量, 采用高效液相色谱法对烈香杜鹃油滴丸中苯基

丙酮的含测方法进行了研究, 为评价产品质量提供了依据。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪; Agilent ChemStation 色谱工作站; MILLIPORE Simplicity 超纯水器; 超声波清洗器(型号 CX250, 功率 250 W, 频率 33 KHz); 梅特勒-托利多 AE240 1/10 万电子天平。苯基丙酮对照品, 购于北京百灵威科技有限公司(ACROS, Lot: A0278080), 纯度 99.6%。烈香杜鹃油滴丸(天科仁祥技术(北京)有限责任公司, 批号 20090801, 20090802, 20090803, 20090804, 20090805)。乙腈、甲醇为色谱纯(Fisher), 其余试剂均为分析纯。

[收稿日期] 20100324(002)

[通讯作者] * 袁永生, Tel: 010-58770853, E-mail: tkrx888@

126.com

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Kromasil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 柱温室温; 流动相乙腈-水(45:55); 流速 1.0 mL · min⁻¹; 检测波长为 258 nm; 理论板数按苯基丙酮峰计算应不低于 5 000。

2.2 溶液配制 取苯基丙酮对照品适量, 精密称定, 加乙腈制成每 1 mL 约含 1.6 mg 的溶液, 即得对照品溶液。取本品 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入乙腈 25 mL, 密塞, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用乙腈补足减失的质量, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μm) 滤过, 取续滤液, 即得供试品溶液。按照处方比例取各种辅料, 制成阴性对照样品, 同供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。

2.3 检测波长 取苯基丙酮对照品适量, 加乙腈溶解, 进行全波长扫描。结果表明, 应选用 258 nm 作为检测波长。

2.4 系统适用性实验 取对照品溶液、供试品溶液及阴性对照品溶液各 10 μL, 依法进样。色谱图见图 1, 可见苯基丙酮与相邻物质色谱峰间完全分离 ($R > 2.0$)。

为横坐标、进样量为纵坐标进行线性回归, 回归方程为 $Y = 0.013\ 04X - 0.031\ 18$, $r = 0.999\ 99$ ($n = 7$)。结果表明苯基丙酮进样量在 1.48 ~ 74.06 μg 与色谱峰面积有良好的线性关系。

2.6 重复性试验 取同一批号的供试品(20090801), 6 份, 结果苯基丙酮的平均含量为 75.44 mg · g⁻¹, RSD 为 1.25% ($n = 6$), 表明本方法重复性良好。

2.7 中间精密度试验 取同一批号的供试品(20090801) 6 份, 液相进行测定, 结果苯基丙酮的平均含量为 75.95 mg · g⁻¹, RSD 为 1.74% ($n = 6$), 表明本方法中间精密度良好。

2.8 稳定性试验 取同一供试品溶液分别于 0, 1, 2, 4, 6, 8 h 进样 10 μL, 测定, 记录苯基丙酮峰面积。结果 RSD 为 1.28% ($n = 5$), 表明供试品溶液在 6 h 内稳定。

2.9 加样回收率试验 取已知含量的样品(批号 20090801) 6 份, 分别精密加入苯基丙酮对照品, 按供试品溶液制备方法制备溶液并依法测定, 计算回收率。见表 1。

表 1 苯基丙酮加样回收试验结果($n = 6$)

取样量 /g	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
0.2532	19.1014	23.4195	42.5608	100.17		
0.2475	18.6714	23.4195	41.9854	99.55		
0.2516	18.9807	23.4195	42.8065	101.73	101.30	1.30
0.2491	18.7921	23.4195	42.9614	103.20		
0.2553	19.2598	23.4195	43.1518	102.02		
0.2568	19.3730	23.4195	43.0507	101.10		

2.10 样品含量测定 取 5 批样品, 依法制备供试品溶液。分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 采用外标法计算苯基丙酮的含量。结果批号为 20090801, 20090802, 20090803, 20090804, 20090805 的样品中苯基丙酮平均含量分别为 75.25, 76.47, 74.36, 76.81, 77.52 mg · g⁻¹。

3 讨论

本试验对供试品溶液制备方法进行了系统研究。分别考察了超声提取、回流提取、浸泡提取等提取方法, 结果表明超声提取方法操作简便、省时, 提取率高, 最终选择超声提取。根据挥发油与各辅料

(下转第 90 页)

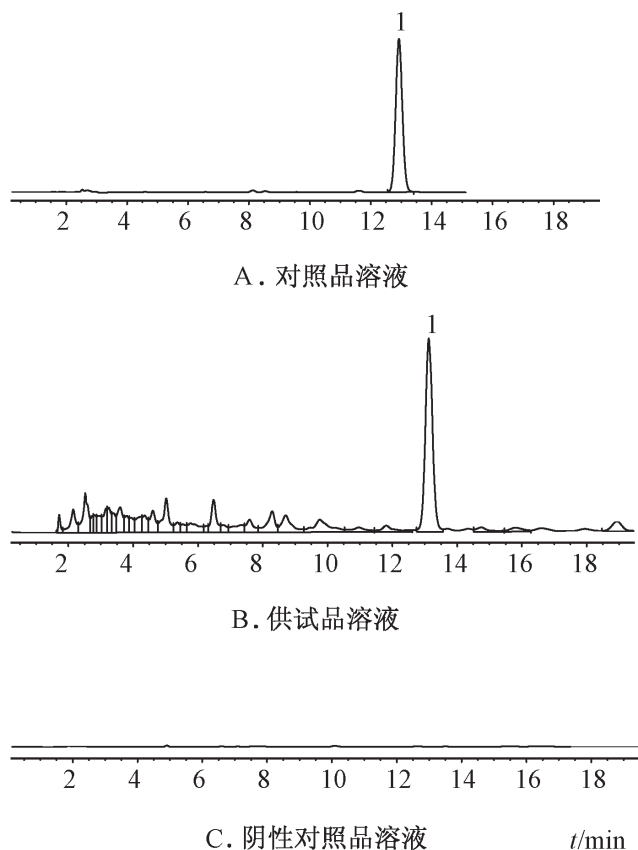


图 1 烈香杜鹃油高效液相色谱图

1. 苯基丙酮

2.5 线性关系考察 称取苯基丙酮对照品 98.75 mg, 至 10 mL 量瓶中, 加乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1.5 mL 至 10 mL 量瓶中, 加乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀。分别精密吸取 1, 5, 10, 15, 20, 30, 50 μL, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。以峰面积

HPLC 测定益心康泰胶囊中大黄素大黄酚含量

陈志琦*

(海北州药品检验所, 青海 海北 810200)

[摘要] 目的: 建立高效液相色谱法测定益心康泰胶囊中大黄素、大黄酚含量。方法: 以 Hypersil-ODS2 C₁₈(4.6 mm ×250 mm, 5 μm) 为分析柱, 流动相为甲醇-0.1% 磷酸(80:20), 检测波长为 254 nm, 流速为 1 mL · min⁻¹, 柱温 20 ℃, 进样量 10 μL。结果: 大黄素在 0.04 ~0.80 mg · L⁻¹ 线性关系良好 ($r=1.0000$), 平均回收率为 99.5% (RSD 1.81%); 大黄酚在 0.110 2 ~2.204 mg · L⁻¹ 线性关系良好 ($r=1.0000$), 平均回收率为 99.1% (RSD 1.80%)。结论: 样品处理方法简便, 灵敏度高, 结果准确。

[关键词] 高效液相色谱法; 益心康泰胶囊; 大黄素; 大黄酚

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)10-0088-03

Determination of Emodin and Chrysophanol in Yixin Kangtai Capsule by HPLC

CHEN Zhi-qi*

(Haibei Institute for Drug Control, Qinghai Province Haibei 810200, China)

[Abstract] Objective: To establish a HPLC method for the determination of emodin and chrysophanol in yixinkangtai capsules. **Method:** Hypersil-ODS2 C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column was used with methanol - 0.1% phosphoric acid (80:20) as mobile phase; the detection wavelength was at 254 nm, flow rate was 1 mL · min⁻¹, column temperature 20 ℃, injection volume was 10 μL. **Result:** The linear range of emodin and chrysophanol was 0.04-0.80 mg · L⁻¹ ($r=1.0000$) and 0.110 2-2.204 mg · L⁻¹ ($r=1.0000$) respectively. The average recovery was 99.5% with RSD 1.81% and 99.1% with RSD 1.80% respectively. **Conclusion:** The sample preparation method is simple, sensitive and accurate.

[Key words] HPLC; Yixin Kangtai capsule; emodin; chrysophanol

益心康泰胶囊由唐古特铁线莲、黄芪、大黄^[1]、多腺悬钩子、锁阳、甘草 6 味中药组成, 具有益气行滞, 化瘀通脉, 通腑降浊之功效的藏成药。用于查隆紊乱所致胸痹心痛, 心悸气短, 倦怠乏力, 大便秘结, 冠心病心绞痛, 高血脂症等, 临床上较为常用。原标准收载于《国家中成药标准汇编内科心系分册》^[2], 规定薄层色谱扫描测定大黄含量, 在实际检验当中操作繁琐、费时, 现采用高效液相色谱法对益心康泰胶囊中大黄素与大黄酚进行总量测定, 并对其方法学进行全面考察和验证。

1 仪器与试剂

Aglient 1100 型高效液相色谱仪, Aglient G1314 VWD 紫外检测器, HP 化学工作站(美国 Aglient 公司); BT224S, CP225D 电子分析天平(北京赛多力斯仪器公司); 超声波清洗器(B2500s-MI, 上海必能信超声波清洗仪有限公司)。大黄素对照品(含量测定用, 批号 110756-200110)、大黄酚对照品(含量测定用, 批号 110796-200412), 均购自中国药品生物制品检定所。益心康泰胶囊(规格为 0.5 g ×20 粒/盒; 青海益欣药业有限责任公司; 批号 06031607, 20050206, 20041208)。甲醇为色谱纯, 其余试剂为分析纯, 水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Hypersil-ODS2 C₁₈ 柱(4.6

[收稿日期] 20100319(004)

[通讯作者] * 陈志琦, Tel: 0970-8647363, E-mail: chen_zhiqi700325@

163.com