

基苯甲酸,流动相为甲醇-0.25%醋酸溶液为流动相,以梯度洗脱技术进行分离及含量测定,0~15min 甲醇浓度为18~63%,15~20min 保持甲醇63%。丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>,以80%甲醇为流动相,于270nm处检测。两者均可得到良好的分离效果,并且结果容易处理,易实行自动化、微机化、程序可控化,加样回收率及精密度均较理想,可以作为丹参药材质量控制及含量测定方法<sup>[6-8]</sup>。

### 三、丹参制剂的含量测定及质量控制

现在丹参制剂的剂型有了很大发展,又出现了许多新剂型,除了片剂、针剂、口服液外,尚有滴丸剂、胶囊剂、冲剂及多相脂质相体等。含量测定均可应用上述几种方法,只是在提取有效成分时过程略有不同而已。目前以使用高效液相色谱法居多。

目前丹参制剂应用以片剂、针剂及口服液为主。片剂以丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>为指标,测定方法很多,同时辅以重金属及农药限量检查。口服液主要以总丹参酮为指标,用UV法测定。针剂中以丹参素及原儿茶醛为指标,控制鞣质含量,检查澄明度,测定方法也很多,这里不再一一赘述。

### 四、结语

中草药为我国历代相传的无价瑰宝,进

入近几十年来,对于中草药的研究有急剧升温的趋势。但是由于中药中成分复杂,分离鉴定测定很困难,而要建立一种药物良好的质量控制方法更是困难。但是随着对于中草药成分研究的进展及现代分析技术和仪器越来越多的应用于中草药领域,特别是高效液相色谱法,这也是我们应当重点关注和进行研究的领域,可以看到,其前景还是很广阔的。

### 参考文献

- [1]孔德云.丹参的化学成分.中国医药工业杂志,1989;20(6):279~85
- [2]刘燕,谢培德,王宝琴.丹参及其制剂质量的评价方法.中国中药杂志,1990;15(3):31~4
- [3]王曙,孙毅毅,贾运涛,等.丹参脂溶性成分提取工艺初探.华西医科大学学报,1996;27(2):203~6
- [4]黎若熹,徐远,等.复方丹参片中总丹参酮含量测定法.医药工业,1986;17(11):33~4
- [5]简洋辉,徐国均,金蓉鸾,等.中药丹参类的质量研究.中国药科大学学报,1989;20(1):5~9
- [6]陆锦芳,施大文等.RP-HPLC法测定丹参药材与饮片丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>的含量.上海医科大学学报,1992;19(2):154~6
- [7]王杰民,何怀冰,竺叶青,等.RP-HPLC法测定丹参药材中丹参素及原儿茶醛含量.上海医科大学学报,1991;18(1):27~31
- [8]李元智,黄英,刘三康,等.HPLC测定复方丹参片中原儿茶醛和丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>.华西药学期刊,1996;11(4):213~5

## 褶合光谱法同时测定双唑泰栓中三主药含量

宁德俄

(深圳市人民医院药剂科 深圳 518020)

双唑泰栓是一种阴道栓剂,该栓剂由克霉唑、甲硝唑、醋酸氯己定(洗必泰)(20:25:1)三组分及栓剂基质羊毛脂、石蜡、脂肪酸甘油酯适量组成。中国药典95版<sup>[1]</sup>对三组分所用的测定方法分别是克霉唑多步提取后非水滴定;甲硝唑提取后测定UV吸收;洗必泰均多步提取后氧化还原滴定(间接滴定)。由

于提取步骤多而费时,引入多步误差。未有其它文献报道测定双唑泰栓三种主要成分的含量。本实验采用的褶合光谱法<sup>[2,3]</sup>,不仅成功地克服了多种基质的干扰,而且不经分离就能测得多组分含量,结果准确、迅速。

### 一、材料和方法

#### (一)材料:褶合光谱仪

甲硝唑、洗必泰分别购自上海黄河制药厂、上海新亚制药厂。克霉唑、羊毛脂、石蜡、硬脂酸甘油酯由上海朝晖制药厂提供。双唑泰栓为市售品。溶剂为无水乙醇(AR)。

(二)方法

1. 吸收曲线扫描:配制甲、克、洗的乙醇溶液,浓度分别为 12.77, 238, 12.19 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ,波长范围 225.340nm,间隔 1nm,栓剂基质羊毛脂等因在无水乙醇(冷)中几不溶解,在测定波长、测定浓度范围内均无吸收、无干扰。

2. 试剂空白液扫描,按双唑泰栓处方取羊毛脂、石蜡、脂肪酸甘油酯适量,加入无水乙醇超声处理 15min,过滤定容得空白液母液,各取适量空白母液于待盛空白液、对照液、校正样品液、模拟样品液的容量瓶中(使其定容后基质浓度接近实际浓度,以排除基质可能的干扰),备用。

3. 回收率实验:分别精密称取甲硝唑、克霉唑、洗必泰对照品适量溶解释至适当浓度,得对照液备用;取对照液母液以处方量的  $\pm 20\%$  范围波动,按正交设定配制成 9 份校正样品液,备用;再取对照液母液按处方比例在校正样品液浓度范围内配制成 9 份模拟样品液,备用。以上对照液、校正样品液及模拟样品液均由褶合光谱仪采集 UV 吸收信息,褶合处理后选出最佳回收率作为样品测定条件。

4. 栓剂含量测定:取双唑泰栓 20 枚,粉碎干燥,精密称定后(约相当于甲硝唑 40mg)加入适量无水乙醇超声溶解 15min 后过滤,以 5ml 无水乙醇冲洗滤纸 3 次,收集滤液稀释定容至每 ml 约含甲硝唑 58.0 $\mu\text{g}$ ,按回收率项下的方法,测定样品吸收。

二、结果

(一)吸收曲线与相应褶合光谱,见图 1, 2,图中 J 为甲硝唑,K 为克霉唑,X 为洗必泰,M 为混合液。

(二)最佳回收率,见表 1。甲硝唑、克霉唑、洗必泰的最佳回收率分别达到  $99.79 \pm$

0.12%,  $99.80 \pm 0.33\%$ ,  $99.91 \pm 0.19\%$ 。

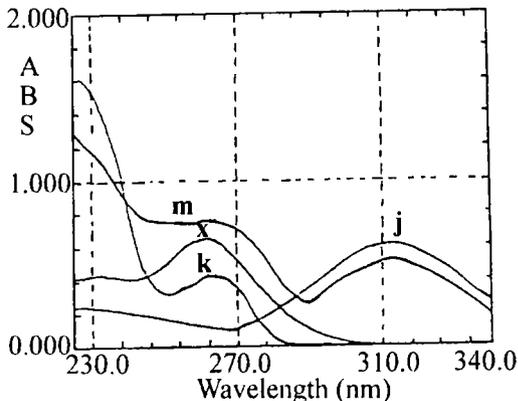


图 1 克霉唑(k)、甲硝唑(j)、洗必泰(x)及混合液(mixture)的紫外光谱

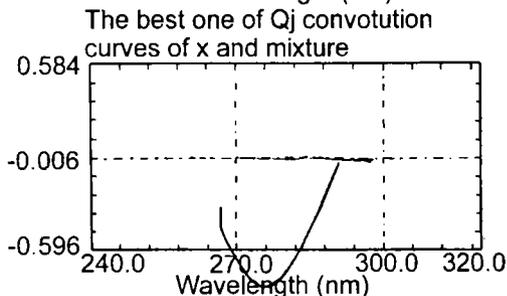
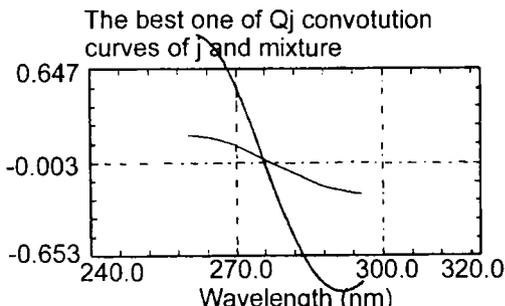
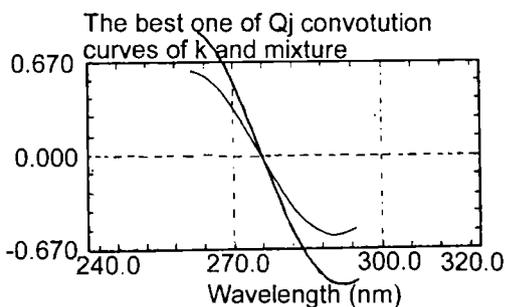


图 2 克霉唑(k)、甲硝唑(j)、洗必泰(x)及混合液(mixture)最佳褶合光谱

表1 甲硝唑、克霉唑、洗必泰的最佳回收率

	甲硝唑			克霉唑			洗必泰		
	加入	测得	回收率	加入	测得	回收率	加入	测得	回收率
1	52.1874	52.1616	99.95	51.0412	51.0871	100.09	2.3211	2.3181	99.87
2	55.0938	54.8514	99.56	48.7096	48.7632	100.11	2.0787	2.0681	99.49
3	58.0112	57.9532	99.90	46.3788	46.3510	99.94	2.5498	2.5551	100.21
4	60.8856	60.7273	99.74	44.0802	43.6218	98.96	2.2100	2.2098	99.99
5	63.8102	63.6890	99.81	41.7543	41.7042	99.88	2.4255	2.4256	100.00

(三)双唑泰栓中各主药成分含量,在所得最佳回收率条件下对样品吸收曲线进行褶合处理,得到各成分标示百分含量,中国药典95年所述对双唑泰栓的测定方法中,三种主

药成分需要经过提取等多步步骤,易引入误差。褶合光谱法所得结果与药典方法所得结果比较见表2。

表2 两种方法测定含量的比较

批号	方法	甲硝唑	克霉唑	洗必泰
I	ChP95	95.78±0.45%	86.48±1.11%	97.57±1.62%
	褶合	96.49±0.32%	96.30±1.07%	95.90±0.90%
II	ChP95	93.92±1.02%	95.08±1.59%	94.96±1.81%
	褶合	94.61±0.82%	94.45±0.85%	94.25±0.66%
III	ChP95	97.79±0.49%	94.19±0.91%	95.56±1.88%
	褶合	94.25±0.94%	95.55±0.16%	96.30±0.94%

### 三、讨论

(一)栓剂基质中,羊毛脂、石蜡易溶于氯仿、乙醚,在乙醇中几不溶,无吸收,硬脂酸、甘油酯的紫外吸收为几乎平的直线,结果表明对主药的测定几乎不干扰。

(二)波长范围选择,按处方配比时,甲硝唑在>270nm的吸收很大;克霉唑的大吸收靠近230nm;洗必泰的最大吸收约在260nm。因此为了防止甲硝唑的吸收掩盖了另两者的

吸收而影响后者的测定,本实验在褶合的采取的波长范围为225~270nm,结果表明这样三组分可以准确定量。

### 参考文献

- [1]中国药典95版:62~63
- [2]吴玉田等.褶合曲线分析法应用于去痛片中四个组分的同时定量.药学学报,1990;20(3):126~8
- [3]吴晓放等.褶合曲线分析法同时测定氟麻滴鼻剂中两组分的含量.药学实践杂志,1995;13(1):30~3

## 高效液相色谱法测定噻氯匹定的血药浓度

余爱荣

(广州军区武汉总医院药理科 武汉 430070)

**摘要** 本文建立了高效液相色谱法测定噻氯匹定的血药浓度。流动相为甲醇-水-乙腈-冰醋酸-正丁胺(249:675:90:1:0.14),检测波长为230nm,流速0.8ml/min。本法最低检测浓度为10 $\mu$ m/L,日内、日间相对标准差RSD分别为1.82%、2.35%,平均回收率为102.79%。用本法对9名健康志愿者口服250mg盐酸噻氯匹定胶囊后定时测定血药浓度,所得药动学参数与文献基本一致。

**关键词** 噻氯匹定;血药浓度;高效液相色谱法