

• 药物分析 •

高效液相法测定解热抗炎 I 号口服液中厚朴酚含量

房志仲¹, 杨金荣¹, 李 鑫², 李 璐¹, 张庆伟¹, 刘茂军³(1. 天津医科大学药学院, 天津 300203; 2. 天津医科大学药学院 99 届本科毕业生, 天津 300203; 3. 天津市和平中医医院, 天津 300050)

摘要:目的: 对解热抗炎 I 号口服液中厚朴的有效成分厚朴酚进行定性、定量分析, 建立质控方法。方法: 用薄层层析法对有效成分厚朴酚进行定性分析, 以高效液相色谱法在 ODS- C18 柱上以甲醇- 水(70 : 30) 为流动相测定其含量。结果: 厚朴酚的回收率为 98. 15% ($RSD = 2. 96\%$), 检测范围为 0. 0184~ 0. 184 $\mu\text{g}/\text{ml}$, $r = 0. 9996$ 。可以作为该制剂的质控方法。结论: 所用定性、定量方法快速、可靠、灵敏。

关键词: 口服液; 厚朴酚; 薄层层析法; 高效液相色谱法

中图分类号: R927. 2 文献标识码: B 文章编号: 1006- 0111(2001)02- 0096- 03

Determination of magnolol in Jierekangyan No. I oral solution by HPLC

FANG Zhi-zhong¹, YANG Jin-rong¹, LI Xin², LI-Lu, ZHANG Qing-Wei¹, LIU Mao-jun³(1. College of Pharmacy, Tianjin Medical University, Tianjin 300203, China; 2. 1999 Year's Graduated Student, College of Pharmacy Tianjin Medical University, Tianjin 300203, China; 3. Tianjin Heping Chinese Medicine Hospital, Tianjin 300050, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE: To establish a method of quality control for Jierekangyan No. 1 (JRKY) oral solution by qualitatively and quantitatively determining the active substance of magnolol in the solution. **METHODS:** Analyse magnolol qualitatively by TLC and quantitatively on ODS- C18 column with MeOH- water(70 : 30) as mobile phase, to determine the content of magnolol by HPLC. **RESULTS:** The average recovery was 98. 15% ($RSD = 2. 96\%$). The linear concentration range of the method was 0. 0148~ 0. 148 $\mu\text{g}/\text{ml}$, $r = 0. 9996$. **CONCLUSION:** The qualitative and the quantitative methods studied are rapid, reliable and sensitive.

KEY WORDS: oral solution; magnolol; TLC; HPLC

解热抗炎 I 号是天津市和平中医医院一种纯中药制剂, 可有效治疗感冒, 特别是对流行性感冒及高烧不退、不思饮食有显著的作用。其处方主要由菊花、厚朴、牡丹皮、金银花、栀子等组成。有报道用双波长薄层扫描法^[1]、超临界流体萃取——毛细管气相色谱法分析^[2]和薄层层析气质联用法测定厚朴中厚朴酚的含量^[3]。根据我们现有的条件采用薄层层析法和高效液相色谱法分别对其主要成分厚朴酚进行定性和定量分析, 同时对色谱系统的选择和样品预处理方法进行研究。

1 仪器与药品

日本岛津 LC- 10AT 高效液相色谱仪, LC- 6A 恒流泵, SPD- 10A 紫外检测器, CR- 6A 数据处理机, ODS- C18 色谱柱。

各种中药材均由天津市药材公司提供。厚朴酚对照品由中国药品生物制品检定所提供。样品由天津市和平中医医院制剂室(批号 990211, 990218,

990227) 提供, 所有试剂均为色谱纯或分析纯。

2 方法与结果

2.1 厚朴的定性鉴别

2.1.1 样品液的制备 取口服液 50ml 蒸干后加甲醇 30ml 回流半小时过滤浓缩至 5ml 供试。

2.1.2 阴性对照液的制备 按处方量称取除厚朴外的所有药物, 按口服液制备方法同法处理, 取 50ml 按样品液制备方法处理。

2.1.3 对照品溶液的制备 取厚朴酚标准品用甲醇溶解后配成 1mg/ml。

2.1.4 展开 用羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 GF₂₅₄板, 用氯仿- 苯- 乙酸乙酯(5 : 4 : 1) 为展开剂, 点样量 10 μl , 展距 10cm。

2.1.5 检视 置紫外灯(254nm) 下观察, 在薄层色谱图中, 在厚朴酚和厚朴酚相应位置上, 样品液与厚朴酚对照品显相同颜色(兰色)的荧光斑点。而阴性对照液无此斑点。TCL 结果如图 1 所示。

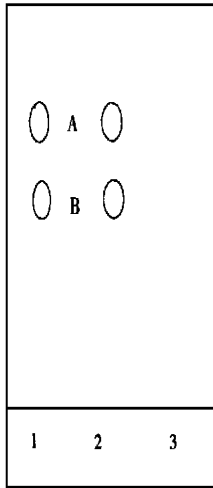


图 1 厚朴薄层析图谱

1- 厚朴酸对照品 2- 供试品 3- 阴性对照品

2.2 样品中厚朴酚的含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱为 4.6mm × 250mm 不锈钢柱; 流动相为甲醇 : 水(70 : 30); 流速为 0.8ml/min; 检测波长为 254nm; 进样量为 20μl; 灵敏度为

0.01AUFS。在此色谱条件下,厚朴酚的保留时间平均为 22.087min,如图 2 所示。

2.2.2 方法

2.2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取干燥至恒重的厚朴酚对照品 2.3mg, 置 50ml 容量瓶中, 加甲醇至刻度摇匀, 作为对照品溶液。

2.2.2.2 供试品溶液制备 取口服液 50ml 浓缩蒸干, 用甲醇 50ml 回流 30min, 过滤, 定容至 50ml。

2.2.2.3 阴性对照液制备 取无厚朴的口服液 50ml, 同供试品方法处理。

2.2.2.4 标准曲线绘制 吸取对照品溶液 1ml 稀释至 50ml 然后再从中分别吸取 1ml、2.5ml、5ml、7.5ml、10ml 稀释至 50ml, 进样 20μl, 测得峰面积(见表 1)。以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 在进样量为 0.0184~ 0.184μg/ml 之间呈良好的线性关系。标准曲线回归方程为 $Y = 122.6 + 53726.1X$, $r = 0.9996$, HPLC 图谱如图 2 所示。

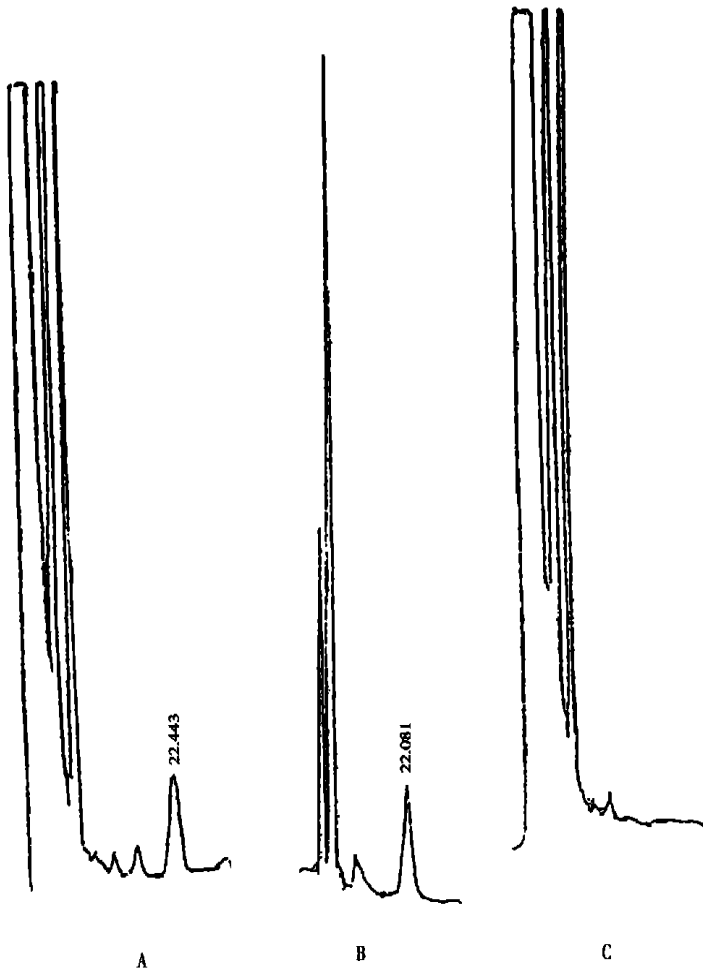


图 2 厚朴酚高效液相色谱图

A- 样品 B- 厚朴酚对照品 C- 阴性对照品

表1 厚朴酚浓度与峰面积关系表

浓度($\mu\text{g/ml}$)	0.0184	0.046	0.092	0.138	0.184
峰面积(mv)	10128	23745	51214	73816	98767

2.2.2.5 样品含量测定 取3个批号的口服液制成供试品溶液,精密量取1ml稀释至50ml,每次进样20 μl ,进行测定,结果见表2。

表2 样品中厚朴酚的含量测定结果($n=3$)

批号	峰面积(mv)	实际浓度($\mu\text{g/ml}$)	平均浓度($\mu\text{g/ml}$)	RSD(%)
990211	46757	4.320		
990218	44709	4.132	4.029	1.90
990227	45194	4.177		

2.2.2.6 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液20 μl ,重复进样,测得峰面积分值的RSD=1.36($n=6$)。

2.2.2.7 重现性试验 取同一批样品6份,照样品液的制备方法分别提取测定,测得峰面积积分值的RSD=1.74%($n=6$)。

2.2.2.8 回收率实验 精密称取标准品1.7mg加入到50ml口服液中,同2.2.2.2项下处理。精密量取1ml稀释至50ml。结果见表3。

表3 样品厚朴酚回收率测定结果

样品检出量(mg)	加入标品量(mg)	实测量(mg)	回收率(%)	平均值(%)	RSD(%)
4.209	1.70	5.816	94.43		
4.209	1.71	5.895	99.76	98.15	2.96
4.209	1.70	5.925	100.27		

• 药物不良反应 •

静脉推注青霉素钠致剧烈腹痛2例

魏妙华(浙江省云和县中医院药剂科, 云和 323600)

关键词: 青霉素; 剧烈腹痛

中图分类号: R978.1⁺1

文献标识码: D

文章编号: 1006-0111(2001)02-0098-01

青霉素是 β -内酰胺类抗生素。通过与细菌细胞膜上的青霉素结合蛋白(PBP)结合而妨碍细菌细胞壁粘肽的合成,使之不能交联而造成细胞壁的缺损,致使细菌细胞破裂而死亡。为繁殖期杀菌药。临床主要用于治疗扁桃体炎、中耳炎、乳腺炎等急性感染。常见的不良反应有过敏反应,局部刺激。近期在本院临床应用中出现致剧烈腹痛2例,现报道如下:

病例1:女,31a。于2000年8月10日中午因不规则耳痛伴头痛,临床诊断为中耳炎。青霉素皮试阴性,给予青霉素钠盐(江西东风药业股份有限公

2.2.2.9 阴性对照实验 同法取阴性对照液1ml,稀释成50ml,进样20 μl 。在色谱图厚朴酚相应位置无吸收峰出现。

3 讨论

关于厚朴酚定量方法的分析,有报道^[4]流动相可采用乙腈:水:冰醋酸(5:10:1)为流动相,但用于本实验效果也不理想。按照文献报道^[5]流动相为甲醇:水(78:22)进行测定,但在本实验中此流动相由于极性小,无法把厚朴酚分离出去,改变流动相比例为70:30,达到了良好的分离效果。厚朴酚的回收率为98.15%(RSD=2.96%),检测范围为0.0184~0.184 $\mu\text{g/ml}$,相关性良好,可作为该制剂的质控方法。所用定性、定量方法快速、可靠、灵敏。

参考文献:

- [1] 曾 诤,宋学华,张 琳,等.厚朴及其炮制品中厚朴酚与和厚朴酚含量测定[J].中草药,1996,27(1):11.
- [2] 缪海均,柳正良,李云华.超临界流体萃取法-毛细管气相色谱法分析厚朴药材中厚朴酚、和厚朴酚的含量[J].药物分析杂志,1998,18(3):182.
- [3] 曾 诤,周干南,鲜启鸣,等.气质联用研究厚朴及其炮制品中挥发油[J].中草药,1997,28(2):81.
- [4] 戴广训,唐永华.香砂养胃胶囊中厚朴酚的含量测定方法研究[J].中草药,1997,28(9):534.
- [5] 常曾荣,周富荣.高效液相法测定保济丸中厚朴酚与和厚朴酚的含量[J].中国中药杂志,1995,20(10):605.

收稿日期:2000-08-02

司,批号20000430-7)240万U加0.9%NS30ml iv, bid。用药结束后约10min患者突感剧烈腹痛,无其他过敏症状。未作处理,观察病情变化,经休息后缓解。d2用药后又出现剧烈腹痛,立即停药。并改用口服抗菌药治疗,未出现腹痛现象。

病例2:女,27a。因乳房肿块、发热,诊断为急性乳腺炎。做青霉素皮试阴性,给予青霉素钠静推。静脉推注后约10min感腹痛难忍、腰酸,休息后缓解。此后连用2d均出现上述症状。停药后消失。

收稿日期:2000-09-03