

这是由于 Bi 只能反应龟板的部分特征,而本文以 $A_i = Li/W_i$ 为指标更能全面地反应龟板的特征,这从聚类的结果也可得到验证。尽管如此,以 Bi 为指标值,进行真伪鉴别时也能得到满意的结果,但分类效果没有本法好。

3.5 由于缺少样品,故未能将所有的科、属龟板进行聚类,这有待于今后进一步完善。

参考文献:

[1] 清·孙冯翼、孙星衍辑《神农本草经》[M].北京商务印书馆,

1959.49.

[2] 中国药典.2000 年版.一部[S].

[3] 文瑞良,郭振良.三种龟板混淆品的性状鉴别[J].中药材,1994,17(9):24.

[4] 陆敏仪.四种龟板的鉴别和化学成分含量测定的比较[J].中药通报,1986,11(11):15.

[5] 李水福,胡清宇.标准模式相似系数法鉴别龟板的研究[J].中草药,1996,27(9):562.

收稿日期:2003-10-28

HPLC 法测定复方罗布麻片 I 中盐酸异丙嗪和氯氮草的含量

李冰,胡德福,刘斐(山东省药品检验所,山东 济南 250012)

摘要 目的:采用高效液相色谱法考察并建立了测定复方罗布麻片 I 中盐酸异丙嗪和氯氮草含量的方法。**方法:**色谱柱为 Phenomenex-ODS₃ 柱(250×4.60mm,5μm),甲醇-磷酸盐缓冲溶液(取磷酸二氢胺 2.64g,加水 1 000mL 溶解后,用磷酸调节 pH 值至 3.0)(55:45)为流动相,流速 1.0mL/min,检测波长为 250nm,进样量 20μL。**结果:**盐酸异丙嗪的线性范围为 5.1~60.8μg/mL($r=1.0000$),氯氮草的线性范围为 5.2~60.4μg/mL($r=0.9999$),平均回收率分别为 99.5% 和 101.2%。**结论:**本法精密度好,结果准确可靠,适用于该复方制剂的质量检验分析。

关键词 复方罗布麻片;盐酸异丙嗪;氯氮草;高效液相色谱法

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)06-0367-03

HPLC determination of promethazine hydrochloride and chlordiazepoxide in Fufang Luobuma Pian I

LI Bing, HU De-fu, LIU Fei (Shandong Institute for Drug Control, Jinan 250012, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: Promethazine Hydrochloride and Chlordiazepoxide were determined by HPLC in Fufang Luotuma Pian I. **METHODS:** Phenomenex-ODS₃ Column(250×4.60mm,5μm), the mobile phase consisted of a mixture of methanol-phosphate buffer(dissolved 2.64g NH₄H₂PO₄ in 1 000mL water, adjusted pH to 3.0 with H₃PO₄)(55:45) at a flow rate of 1.0 mL/min, detection was done at 250nm, the injection volume was 20μL. **RESULTS:** The method offered good linearity 5.1~60.8μg/mL for promethazine hydrochloride ($r=1.0000$), and 5.2~60.4μg/mL for chlordiazepoxide ($r=0.9999$). The average recovery rates were 99.5% and 101.2% respectively. **CONCLUSION:** This method is accurate and reliable for the quality control of this compound preparation.

KEY WORDS Fufang Luobuma Pian I; promethazine hydrochloride; chlordiazepoxide; HPLC

复方罗布麻片 I 具有良好的降低血压效果,并能有效地改善高血压症状,是一种常见的抗高血压药,被广泛地应用于临床。《国家药品标准》化学药品地方标准上升国家标准第十一册收录了复方罗布麻片 I 质量标准,处方中含有氢氯噻嗪、盐酸异丙嗪和氯氮草等西药成分,标准只对氢氯噻嗪的含量进

行了测定。对复方罗布麻片 I 中盐酸异丙嗪和氯氮草含量测定方法未见报道,为有效地控制药物质量,本文建立了用 HPLC 测定复方罗布麻片 I 中盐酸异丙嗪和氯氮草含量的方法。

1 仪器与试剂

Waters 组合式高效液相色谱仪,515 泵,717 自

动进样器,2487 检测器;盐酸异丙嗪、氯氮草对照品由济南东风制药厂提供,含量分别为 99.8%、99.6% (HPLC 面积归一法)。

磷酸、磷酸二氢铵为分析纯,甲醇为色谱纯。

复方罗布麻片 I:市售品,批号:030101、030320、021109。

2 色谱条件

色谱柱:Phenomenex - ODS₃ 柱(250 × 4.60mm, 5μm),流动相:甲醇 - 磷酸盐缓冲溶液(取磷酸二氢铵 2.64g,加水 1 000mL 溶解后,用磷酸调节 pH 值至 3.0)(55 : 45),流速:1.0mL/min;检测波长为 250nm。柱温:室温。

3 线性关系

精密称取经 105℃ 干燥至恒重的盐酸异丙嗪和氯氮草对照品各 50mg,置同一 100mL 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,作为储备液。精密量取 0.25,0.5,1,1.5,3mL,分别置 25mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,在上述色谱条件下,分别进样 20μL,记录色谱图,以浓度 C(μg/mL)对峰面积 A 作图,盐酸异丙嗪和氯氮草回归方程分别为:

$$Y = 103\ 295X - 207\ 877\ r = 1.000\ 0$$

$$Y = 125\ 183X - 116\ 413\ r = 0.999\ 9$$

结果表明,盐酸异丙嗪在 5.1 ~ 60.8μg/mL,氯氮草在 5.2 ~ 60.4μg/mL 浓度范围内与峰面积呈良好的线性关系。

4 回收率试验

按处方比例,模拟配制样品,精密称取适量,依

法操作,在线性范围内配制高、中、低浓度各 3 份样品进行测定,盐酸异丙嗪回收率为 99.7%、99.1%、99.6%,RSD 小于 0.5%;氯氮草回收率为 101.3%、101.5%、100.8%,RSD 小于 0.7%。

5 精密度和稳定性试验

取线性关系项下 3 号溶液,重复进样 5 次,盐酸异丙嗪和氯氮草峰面积 RSD 分别为 0.22%、0.27%。在 0、2、4、6、8h 时测定上述溶液,盐酸异丙嗪和氯氮草峰面积 RSD 分别为 0.36% 和 0.41%,样品在 8 小时内稳定。

6 干扰性试验

按处方配制除盐酸异丙嗪和氯氮草外的空白样品,照样品的测定方法试验,色谱图见 1 - A,辅料对样品的测定无影响。

7 样品的测定

精密称取经 105℃ 干燥至恒重的盐酸异丙嗪和氯氮草对照品各 50mg,置同一 100mL 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2mL,置 50mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。取本品 20 片,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸异丙嗪 1mg),置 50mL 量瓶中,超声使溶解,加流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。精密量取上述二种溶液各 20μL,注入液相色谱仪,记录色谱图,以外标法分别计算盐酸异丙嗪和氯氮草的含量,结果见表 1。

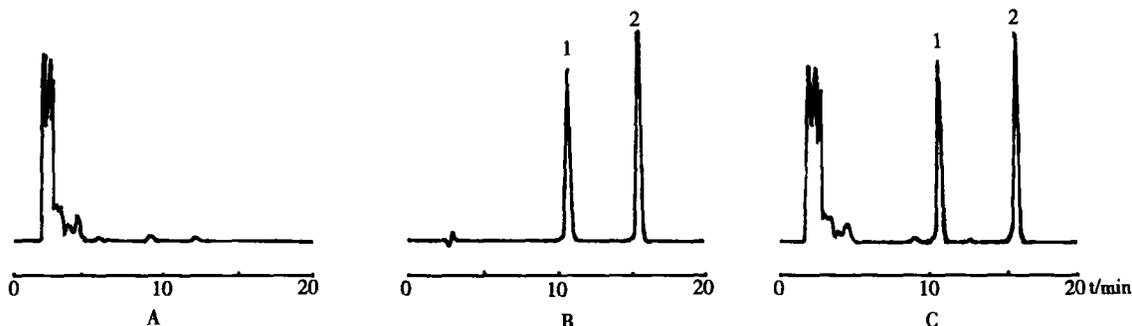


图 1 空白样品(A)、对照品(B)、样品(C)色谱图

1 - 盐酸异丙嗪 2 - 氯氮草

表 1 样品的含量测定结果(标示量%, n = 3)

批号	含量	
	盐酸异丙嗪	氯氮草
030101	98.9	98.7
030320	98.5	97.9
021109	101.5	99.2

8 讨论

8.1 分别对盐酸异丙嗪和氯氮草溶液在 220 ~ 360nm 波长范围内进行紫外扫描,盐酸异丙嗪在 254nm 波长处有最大吸收,氯氮草在 245nm 波长处有最大吸收,考虑到盐酸异丙嗪和氯氮草在 250nm 波长处均有较大吸收,选择 250nm 为测定波长。

8.2 曾试验用甲醇 - 醋酸盐缓冲溶液^[1]作为流动相,盐酸异丙嗪峰有拖尾现象,氯氮草与相邻峰不能

基线分离。采用本文方法,盐酸异丙嗪峰无拖尾现象,氯氮草与相邻峰能基线分离,见图 1 - C。

参考文献:

[1] JIN Bao-Feng(靳宝峰), WEN Li-Ping(温丽萍), LIU Wei(刘

伟). HPLC determination of three component in compound Jiang Ya tablets (HPLC 测定复方降压片的研究)[J]. China J Pharm Anal in chinese(药物分析杂志),1994,14(2):32(in chinese).

收稿日期:2003 - 10 - 28

HPLC 测定克感滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量

刘梅娟¹, 娄平² (1. 临沂市妇幼保健医院, 山东 临沂 276003; 2. 临沂市药品检验所)

摘要 目的:建立 HPLC 测定克感滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量。**方法:**采用 ODS 柱,以 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液 - 乙腈(45 : 55)为流动相;检测波长为 215nm;流速为 1.0mL/min。**结果:**线性范围为 40 ~ 96μg/mL,平均回收率为 96.1% ,RSD = 1.2% (n = 5)。**结论:**本法简便、快速、准确,可用于本制剂质量控制。

关键词 HPLC; 盐酸麻黄碱; 含量

中图分类号:R917 文献标识号:A 文章编号:1006 - 0111(2003)06 - 0369 - 02

Determination of ephedrine hydrochloride in kegan nasal drops by HPLC

LIU Mei-juan¹, LOU Ping², (1. Linyi hospital for health protection of woman and child, Linyi 276003, China; 2. Linyi Institute for Drug Control.)

ABSTRACT OBJECTIVE: To develop a method for the determination of ephedrine hydrochloride in kegan nasal drops by HPLC. **METHODS:** The chromatographic condition included ODS column and the mobile phase consisting of 0.01mol/L KH₂PO₄ solution - acetonitrile(40 : 60). The detection wavelength was at 215nm, flow rate at 1.0mL/min. **RESULTS:** The calibration curve was linear over the range of 40 ~ 96μg/mL. The average recovery was 96.1%. The method precision(RSD%) was 1.2% (n = 5). **CONCLUSION:** The method was convenient and accurate for the quality control of the preparation.

KEY WORDS HPLC; ephedrine hydrochloride; content

克感滴鼻液是我市中医院研制生产的纯中药制剂,由麻黄、川芎、薄荷、柴胡等多味中药材经科学组方,用现代技术提取精制而成。具有组方科学、工艺先进和疗效显著的特点。临床用于治疗上呼吸道引起的病毒感染等,毒副作用小。本文建立了 RP - HPLC 测定该制剂中盐酸麻黄碱含量的方法,准确度高,灵敏,操作方便,为保证其制剂质量提供了可靠的依据。

1 仪器与试药

美国 SP8800 型高效液相色谱仪,SP100 型紫外 - 可见检测器。N2000 色谱工作站(浙江大学智能信息工程研究所)。盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所),乙腈为色谱纯,磷酸二氢钾为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱: HypersiLBDS(250mm × 4.6mm, 5μm); 流动相: 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液 - 乙腈(45 : 55); 流速: 1.0mL/min; 检测波长: 215nm; 柱温: 40℃; 进样量: 10 μL。

3 测定方法与结果

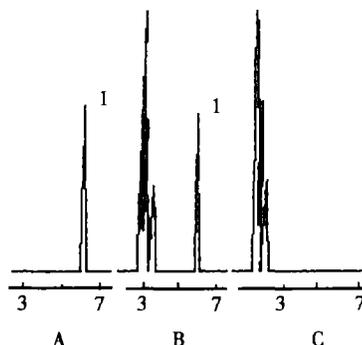


图 1 色谱图

A - 对照品 B - 样品 C - 阴性试验 1 - 盐酸麻黄碱