

成活有利,采用 pH 试纸条监测灵敏、简便。手术半年后每 3 个月摄 1 次 X 线片,观察植骨成活情况,误差较大,如采用 CRX 线片或 ECT 确定植骨成活可能准确性更高。由于常温储存的同种异体骨具有供骨来源多,制备投资少,转运方便,使用简便等优点,可作为临床骨移植的供骨。

[参考文献]

[1] 崔勇,赵宝权,滕立臣,等.常温储骨的实验研究[J].哈尔滨医

科大学学报,2003,37(2):147-149.

[2] 赵宝权,宋大勇,崔勇,等.常温储存的人同种异体骨的制备[J].哈尔滨医科大学学报,2003,37(3):228-230

[3] 赵宝权,滕立臣,宋大勇.骨内脂肪瘤[J].中国骨伤,2003,6(10):639-640.

[4] Urist MR, Jurist JM Jr, Dubuc FL, et al. Quantitation of new bone formation in intra muscular implants of bone matrix in rabbits[J]. Clin Orthop, 1970, 68:279-293.

[5] Tomford WW, Doppelt SH, Mankin HJ, et al. 1983 Bone bank procedures[J]. Clin Orthop, 1983, (174):15-21.

经验交流

HPLC 法测定麻黄及其两种制剂中麻黄碱的含量

曹纬国^{1,3}, 刘志勤¹, 杨 锡², 邵 云¹, 陶燕铎^{1*}

(1. 中国科学院西北高原生物研究所, 青海 西宁 810000; 2. 甘肃省药品检验所, 甘肃 兰州 730000;

3. 中国科学院研究生院, 北京 100039)

[关键词] 麻黄碱;麻杏石甘丸;鹏力止鼾颗粒;高效液相色谱法

[中图分类号] R927.2 [文献标识码] A [文章编号] 1000-1905(2004)04-0382-02

麻黄为常用中药,其中含有多种有机胺类生物碱,主要成分为 L-麻黄碱、D-麻黄碱,具有松弛平滑肌、收缩血管、抗炎、兴奋中枢等作用^[1],但如果用量过大或长期使用,会产生震颤、焦虑失眠、心悸等副作用,其含量常作为评价药材品质及其复方制剂质量标准的主要指标^[2]。麻杏石甘丸和鹏力止鼾颗粒均是以麻黄为主要原料的复方制剂,因此对其进行含量测定是控制麻杏石甘丸和鹏力止鼾颗粒质量的关键。目前国内外学者对麻黄中麻黄碱含量的测定报道较多^[3,4],本文采用 HPLC 法测定其中的麻黄碱含量,现将结果报道如下。

1 仪器与试剂

SP-8800 型高效液相色谱仪;SP-200 检测器;SP-4400 数据处理仪(美国光谱物理公司);盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所,含量测定用,批号:1241-200001);麻黄对照药材(兰州中药厂),麻杏石甘丸(兰州中药厂),鹏力止鼾颗粒(青海君咤药业有限公司);甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱 C₁₈ (10μm, 4.6 × 250mm, 中国科学院大连化学物理所);流动相:甲醇-水(1:1);检测波长 254nm;流速 1.0ml/min;柱室室温;理论塔板数按盐酸麻黄碱计算应不低于 3 000,在此条件下各组分得到良好分离,阴性对照无干扰。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取盐酸麻黄碱 15mg,置 100ml 量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 25ml 量瓶中,加入高碘酸溶液(0.25g/10ml) 1ml,0.25mol/L 的氢氧化钠溶液 2.5ml,摇匀放置 30min,用 0.5mol/L 的盐酸溶液调节 pH 为中性,加甲醇至刻度,摇匀即得,每 1ml 含盐酸麻黄碱 6μg。

2.3 线性关系考察

精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液 2、4、6、8、10ml,置 10ml 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,分别精密吸取 10μl 注入液相色谱仪中。按上述色谱条件测定峰面积,以进样量(μg)对峰面积计算,得回归方程为:C = 3123A - 49.9, r = 0.9996,证明盐酸麻黄碱在 12~60μg 之间线性关系良好。

[收稿日期] 2004-01-09

[作者简介] 曹纬国(1978-),男,青海西宁市人,硕士研究生。

*通讯作者

2.4 稳定性试验

取当日新配制的盐酸麻黄碱对照品溶液,在不同时间(0、2、4、6、8、24h)内以相同进样量(10 μ l)注入色谱仪,按外标法测定,计算6次峰面积的 $s = 2.6\%$ ($n = 6$),结果表明麻黄对照品溶液放置24h之内基本稳定。

2.5 精密度实验

精密吸取盐酸麻黄碱对照品溶液10 μ l重复进样6次,测定峰面积,结果 $\bar{A} = 186226$, $s = 2.0\%$ 。

2.6 重现性实验

分别精密称取同一批麻黄、麻杏石甘丸和鹏力止鼾颗粒各5份,按样品测定方法测定麻黄碱的含量,结果:麻黄 $\bar{A} = 1.2\text{mg/g}$, $s = 1.8\%$;麻杏石甘丸 $\bar{A} = 1.480\text{mg/g}$, $s = 2.1\%$;鹏力止鼾颗粒 $\bar{A} = 0.50\text{mg/g}$, $s = 1.9\%$ 。

2.7 加样回收率实验

精密称取已知含量的麻黄、麻杏石甘丸1g和鹏力止鼾颗粒2g置烧瓶中,分别精密加入盐酸麻黄碱对照品的水溶液5ml(浓度0.20mg/ml),加5mol/L的氢氧化钠溶液120ml,再加氯化钠7.5g,超声10min,蒸馏,用预先盛有0.5mol/L盐酸溶液5ml的100ml量瓶收集蒸馏液约95ml,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液10ml,置25ml量瓶中,按对照品溶液的制备项下的方法,自“加入高碘酸溶液”起,依法操作,测定麻黄碱实际含量,计算回收率,平行操作6次,测定并计算回收率,结果麻黄的平均回收率 $\bar{A} = 98.2\%$, $s = 2.1\%$;麻杏石甘丸中麻黄碱的平均回收率 $\bar{A} = 98.1\%$, $s = 1.6\%$;鹏力止鼾颗粒的平均回收率 $\bar{A} = 98.6\%$, $s = 2.8\%$ 。

2.8 样品测定

2.8.1 供试液的制备:精密称取麻黄0.5g、麻杏石甘丸药粉1.0g和鹏力止鼾颗粒2g,置250ml烧瓶中,加150ml 5mol/L NaOH溶液和7.5g NaCl加热蒸馏提取,用加入5ml 0.5mol/L盐酸溶液的100ml容量瓶收集蒸馏液约95ml后加甲醇定容,取0.5ml麻黄蒸馏液和10.0ml麻杏石甘丸蒸馏液及鹏力止鼾颗粒蒸馏液10.0ml各置25ml容量瓶中,其中麻黄蒸馏液用蒸馏水补至约10ml左右,分别加1.0ml高碘酸(0.2584/10ml)和2.5mol/L NaOH溶液,30min后用盐酸调pH值至7,然后用甲醇定容至刻度即得供试液。

2.8.2 样品测定:分别精密吸取对照品溶液和供试

品溶液各10 μ l,按上述色谱条件进行测定,以外标法计算样品中麻黄碱的含量,结果见附表。

附表 麻黄、麻杏石甘丸及鹏力止鼾颗粒中麻黄碱的含量

样品及批号	麻黄碱的含量		s
	(mg g^{-1})	平均含量 (mg g^{-1})	
麻黄 1	1.21		
麻黄 2	1.19	1.20	2.4
麻黄 3	1.19		
麻杏石甘丸(批号:20020621)	1.51		
麻杏石甘丸(批号:20020624)	1.47	1.48	1.7
麻杏石甘丸(批号:20020626)	1.46		
鹏力止鼾颗粒(批号:20020712)	0.51		
鹏力止鼾颗粒(批号:20020716)	0.49	0.50	2.3
鹏力止鼾颗粒(批号:20020724)	0.49		

3 讨论

3.1 本方法利用麻黄碱的性质,采用蒸馏收集提取处理样品,相对简便易行,发现在80~90 $^{\circ}$ C时加热提取率最高^[2]。

3.2 由于样品中未知成分很多,用容量法或紫外法测定专属性差,会产生干扰。麻黄碱在紫外区无特征吸收峰,给定量分析带来困难,本方法把麻黄碱氧化成苯甲醛,可大大提高检测的灵敏度。另外在测定过程中发现对照品溶液和供试品溶液的pH值过大或过小会影响色谱峰的分离,并且影响基线的稳定性,在pH=7时色谱峰分离较好。

3.3 采用HPLC法测定麻杏石甘丸和鹏力止鼾颗粒中的麻黄碱含量,方法简便快速,重复性好,结果准确可靠,可作为这两种制剂的定量控制指标。

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国药典委员会. 中国药典(第1部)[S]. 北京:人民卫生出版社,2000. 18-19.
- [2] 邓开英,秦剑,周祥敏. 高效液相色谱法测定急支糖浆中盐酸麻黄碱的含量[J]. 中国中药杂志,2002,27(1):32-34.
- [3] 李红霞,丁明玉,吕琨,等. 高效液相色谱法测定麻黄及其制剂中麻黄生物碱和川芎嗪[J]. 色谱,2001,19(2):161-163.
- [4] 杨文远,吴晓红. 用HPLC法同时测定可立停中愈创木酚甘油醚、马来酸氯苯那敏和盐酸甲基麻黄碱[J]. 宁夏大学学报(自然科学版),2002,23(4):385-387.
- [5] 北京医学院,北京中医学院. 中草药成分化学[M]. 北京:人民卫生出版社,1980. 114-115.