

确补加损失的甲醇, 摇匀。取少量用 0.45 μ m 滤膜滤过, 进样 10 μ l, 记录色谱峰面积, 外标法计算含量。测定了 3 批样品, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果

样品批号	含量(n=3)	RSD%
951013-1	0.71%	2.1
951013-2	0.73%	1.8
951116	0.76%	1.9

三、讨论

(一)用甲醇做提取溶剂, 分别经水浴回流提取 30、60 和 90min 考察, 60min 可提取完全, 因此确定回流提取 1h。

(二)稳定性观察表明, 样品液在室温下(约 22 $^{\circ}$ C)置棕色量瓶中, 48h 内葛根素含量无明显改变。

(三)曾经测定 4 批葛根中葛根素含量, 不同批次间含量差别较大, 含量分布范围在 1.4%—5.8%。据此计算, 初步认为葛根芩连片中葛根素含量应不低于 0.7%。

参考文献

- [1] 阴健等. 中药现代研究与临床应用. 第 1 卷第 1 版. 北京: 学苑出版社, 1995: 626
- [2] 詹贵成等. 薄层层析—比色法测定葛根芩连汤中葛根素含量. 药物分析, 1987, 7(1): 58
- [3] 曹志红等. 葛根黄芩黄连汤煎剂和片剂中主要有效成分分析. 云南中医杂志, 1993; 14(5): 30

毛细管气相色谱法测定撒烈痛片含量

杨晓军 靳宝峰 杨松 毕森林 武贵兰* 李晓丹*

(沈阳军区药品检验所 沈阳 110026)

摘要 本文采用毛细管气相色谱法测定撒烈痛片的含量。色谱柱: 交联 SE-54 弹性石英毛细管柱 (0.25mmid \times 25m), 氢火焰离子化检测器(FID), 进样量在 0.3mg—1.3mg 内 4 种成分与峰面积比呈直线相关 (非那西丁: $y=2.9554x-0.1281, r=0.9995$; 咖啡因: $y=1.5584x-0.0257, r=0.9994$; 氨基比林: $y=1.1653x-0.0893, r=0.9992$; 苯巴比妥: $y=2.535x-0.1754, r=0.9998$)。平均回收率 \pm 标准差分别为 100.2% \pm 1.17%、99.8% \pm 1.94%、100.5% \pm 1.46%、98.4% \pm 1.82%。

关键词 非那西丁; 咖啡因; 氨基比林; 苯巴比妥; 毛细管气相色谱

Quantitative analysis of salidvn tablets by capillary gas chromatography

Yang Xiaojun, Jin Baogeng, Yang Song, Bi Shenlin, Wu Guilan, Li Xiaodan
(Institute for Drug control of shenyang Mitiary Region Shenyang 110026)

ABSTRACT Salidvn tablets have been separated and determinaed by capillary Gas chromatography. Salidvn was separated on a SE-54 column (0.25mmid \times 25m), using hydrogen flame ionzgatation detector (FID). There was a good linearity ranging from 0.3 to 1.3mg of salidvn

* 沈阳军区总医院药剂科

(caffeine: $r = 0.9994$, $Y = 1.5584\chi - 0.0257$; aminopyrine: $r = 0.9992$, $Y = 1.1653\chi - 0.0893$; Phenobarbital: $r = 0.9998$, $Y = 2.535\chi - 0.1754$; Phenacetin: $r = 0.9995$, $Y = 2.9554\chi - 0.1281$). The average recovery rate were 100.2%, 99.8%, 100.5%, 98.4% respectively.

KEY WORDS Aminopyrine, caffeine, phenobarbital, phenacetin, capillary gas chromatography

撒烈痛是一种含有非那西丁、咖啡因、苯巴比妥、氨基比林 4 种成分的解热镇痛药, 收载于《广东省药品标准, 1978 年》。其定量方法依成分而异, 氨基比林、苯巴比妥为酸碱滴定法, 非那西丁和咖啡因分别用重氮化法和碘量法^[1]。此法样品用量大, 操作麻烦、费时, 为了寻求迅速、简便、准确的定量方法, 本文探索采用毛细管气相色谱技术^[2]测定其四种成分含量, 获得满意结果, 现报道如下。

一、仪器、样品和试剂

1. 气相色谱仪 (GC-9A), 氢火焰离子化检测器 (FID), 色谱数据处理机 (C-R3A), 软盘驱动器 (FDD-1A), 软盘 (MD2-256HD), 氢气发生器 (OPGU-500S), 均为日本岛津公司生产。

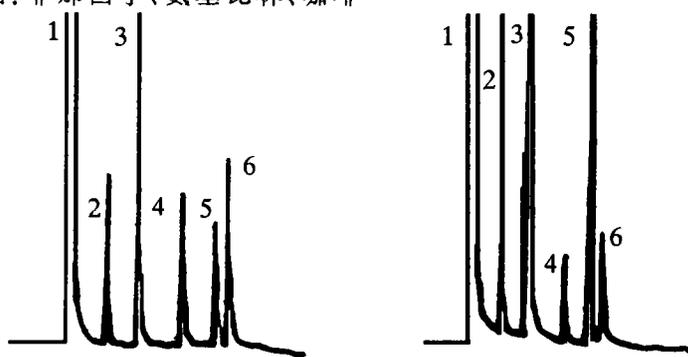
2. 对照品: 非那西丁、氨基比林、咖啡

因、苯巴比妥 (均为中国药品生物制品检定所提供)。内标物: 巴比妥 (中国药品生物制品检定所提供)。

3. 试剂: 甲醇 (优级纯, 北京化工厂)。

二、色谱条件

色谱柱: 交联 SE-54 弹性石英毛细管柱 0.25mmid \times 25m) 载气 1ml/min, 分流比 1:30, 尾吹 (补充气体) 30ml/min, 氢气 40ml/min, 空气 550ml/min。FID 检测器, 进样器温度 290 $^{\circ}$ C, 检测器温度 290 $^{\circ}$ C, 测定柱温 255 $^{\circ}$ C。程序升温 100 $^{\circ}$ C 10min; 5 $^{\circ}$ C/min, 150 $^{\circ}$ C 10min; 5 $^{\circ}$ C/min, 200 $^{\circ}$ C 10min; 5 $^{\circ}$ C/min 255 $^{\circ}$ C 680min。在该条件下每次进样量 1.0 μ l, 于 FID 检测器检测, 标准品与样品均能达到基线分离。峰形良好, 如图 1。



甲. 标准品色谱图

乙. 样品色谱图

注: 1. 溶剂 2. 巴比妥 (内标) 3. 非那西丁 4. 咖啡因 5. 氨基比林 6. 苯巴比妥

图 1 标准品和样品色谱图

三、标准曲线制备

精密称取非那西丁、咖啡因、氨基比林、苯巴比妥各 30.0mg。置 5ml 量瓶中, 再另精取巴比妥 50.0mg 置 5ml 量瓶中, 分别加入适量甲醇使其溶解并稀释至刻度, 分装于 1ml 容量瓶中, 密封后, 置冰箱内保存备用。

用微量注射器分别精密吸取非那西丁、咖啡因、氨基比林、苯巴比妥的标准溶液 40、80、120、160、200 μ l, 分别置入 1ml 量瓶中, 各加入内标物巴比妥溶液 50.0 μ l, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀后进行测定, 每次进样 1 μ l。层析后由微处理机计算出峰面积, 绘制峰面积

比-浓度曲线,得到通过原点的一条直线,其回归方程为非那西丁:

$$y = 2.9554x - 0.1281, r = 0.9995;$$

咖啡因:

$$y = 1.5584x - 0.0257, r = 0.9994;$$

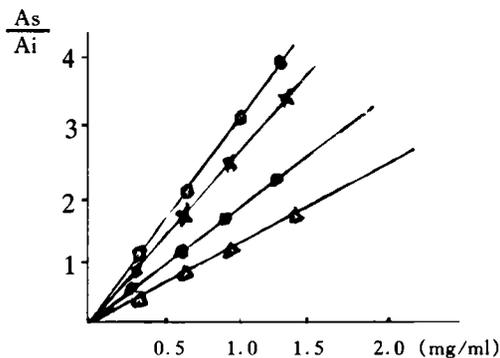
氨基比林:

$$y = 1.1653x - 0.0893, r = 0.9992;$$

苯巴比妥:

$$y = 2.535x - 0.1754, r = 0.9998.$$

标准曲线见图 2。



○非那西丁 ×苯巴比妥 ●咖啡因 △氨基比林

图 2 标准曲线

四、回收率测定

按处方要求精密称取非那西丁 0.30g、咖啡因 0.03g、氨基比林 0.15g、苯巴比妥 0.03g 和辅料适量,置乳钵中,混匀研细按样品方法,进行提取分离、测定。非那西丁、咖啡因、氨基比林、苯巴比妥的平均回收率 ± 标准差分别为 100.2% ± 1.17%、99.8% ±

1.94%、100.5% ± 1.46% 和 98.4% ± 1.82%。

五、样品测定

取市售厂家生产的四批样品各 10 片,精密称定,置乳钵中研细。精称出约 2.5 片重置 50ml 量瓶中,加甲醇浸泡 4h,用超声波发生器超声提取 30min,放置室温,以甲醇稀释至刻度,用干燥滤纸迅速滤过,取中间滤液 200μl,置 1ml 量瓶中,加入内标(巴比妥) 50.0μl,甲醇稀释至刻度。进样 1.0μl,测定结果见附表。

附表 样品测定结果

批号	样品标示量的(%) [*]			
	非那西丁	氨基比林	咖啡因	苯巴比妥
860501	100.3	97.6	100.1	98.1
860902	103.2	95.4	96.5	100.2
861112	98.4	102.2	94.8	99.3
860708	95.8	103.1	99.5	94.6

※3次测定结果平均值

六、讨论

1. 本文测得结果经计算比较,采用峰面积比定量较采用峰高比为好,原因是由于进样量稍有误差,即可表现出峰高的较大差异。

2. 毛细管柱有较好的分辨率,对各组分均能达到很好的基线分离,本法也适用含有相同成分的解热镇痛药的定性定量。

参考文献

- [1] 广东省药品标准. 1978 年版, 第 1 册. 广东省卫生局编, 1978: 380
- [2] 靳宝峰, 毕森林. 毛细管气相色谱法测定速效感冒胶囊. 沈阳部队医药, 1992; 5: 376

(上接第 301 页)

讨论

葛根黄酮中葛根素具有弱酸性结构特征,经多次实验证明,调整流动相中甲醇浓度,即可使其它杂质峰分离,也可适当调整保留时间,从而使各组分在流动相中因分配比

的差异,而使葛根素色谱峰与前后杂质峰的分明显改善,分离度有所提高。

本方法有较好的稳定性和重现性,分离效果满意,定量准确、简便、快速,可作为该制剂及原料的质量控制方法。