

RP-HPLC法测定梅花点舌丸中脂蟾毒配基 华蟾毒配基的含量

李亚芳¹, 胡晓炜²

(1. 杭州市第一人民医院, 浙江 杭州 310006 2. 杭州市药品检验所, 浙江 杭州 310014)

摘要: 目的 建立梅花点舌丸中脂蟾毒配基、华蟾毒配基的含量测定方法。方法 采用反相高效液相色谱法, 使用 C_{18} 柱, 乙腈-0.5% KH_2PO_4 溶液 (50:50) 为流动相, 检测波长: 296 nm。结果 此方法线性关系良好, 脂蟾毒配基的平均加样回收率为 97.40%, RSD 为 2.22%。华蟾毒配基的平均加样回收率为 97.78%, RSD 为 2.63%。结论 方法简便、可靠, 分离度较好, 结果稳定, 可用于梅花点舌丸的质量控制。

关键词: 梅花点舌丸; 脂蟾毒配基; 华蟾毒配基; RP-HPLC

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)02-0125-02

Determination of resibufogenin and cinobufagin in MEIHUA DIANSHE PILL* by RP-HPLC

LI Ya-fang¹, HU Xiao-wei²

(1. First People's Hospital of Hangzhou, Hangzhou Zhejiang 310006, China;

2. Hangzhou Institute for Drug Control, Hangzhou Zhejiang 310014, China)

Key words MEIHUA DIANSHE PILL; resibufogenin; cinobufagin; RP-HPLC

* MEIHUA DIANSHE PILL is a Chinese herbal preparation with 14 kinds of Chinese materia medica, such as *Calculus Bovis*, *Margarita*, *Moschus*, and *Venenum Bufonis* etc.. It has the function of clearing away heat and toxic material, and relieving swelling and alleviating pain.

梅花点舌丸是由牛黄、珍珠、麝香、蟾酥等 14 味药材加工制成的复方制剂, 具有清热解毒、消肿止痛的功效, 用于疮痍肿痛初起, 咽喉、牙龈肿痛, 口舌生疮。该方收载于《中国药典》2000 年版一部, 但药典中对其含量测定未作规定。蟾酥为方中重要药味, 其中脂蟾毒配基、华蟾毒配基为重要组成成分。本文以脂蟾毒配基、华蟾毒配基为指标, 建立了梅花点舌丸中脂蟾毒配基、华蟾毒配基的 HPLC 测定法, 为该中成药的质量控制提供客观的定量评价方法。

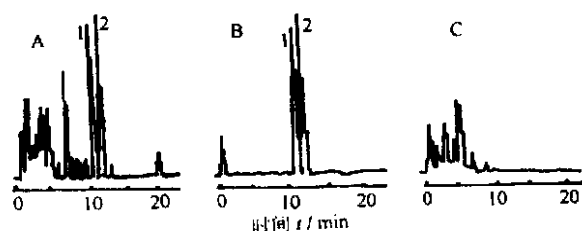
1 仪器与材料

Agilent 1100 高效液相色谱仪, UPPER 色谱工作站; Mettler-Toledo AG-204 电子天平。脂蟾毒配基、华蟾毒配基对照品 (中国药品生物制品检定所) 乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 其它试剂均为分析纯。梅花点舌丸由杭州胡庆余堂药业有限公司提供, 批号为 010406, 010409, 010410。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Kromasil C_{18} (4.6 mm×250 mm, 5 μ m), 柱温: 室温 25℃; 流动相: 乙腈-0.5% KH_2PO_4 溶液 (50:50), 流速: 1.0 mL/min,

检测波长: 296 nm 进样量均为 20 μ L 色谱图见图 1



1 华蟾毒配基 2 脂蟾毒配基

A 样品 B 对照品 C 空白对照

图 1 梅花点舌丸 HPLC 图谱

2.2 标准曲线的制备: 精密称取脂蟾毒配基 10.7 mg, 加甲醇定容至 10 mL, 得对照品贮备液 (1.07 mg/mL)。精密吸取此溶液 50, 100, 200, 300, 400 μ L 置于 5 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀即得。以对照品浓度对峰面积值作图, 脂蟾毒配基线性回归方程为 $A = 16156 + 9488.5C$, $r = 0.9999$; 结果表明脂蟾毒配基呈良好线性, 线性范围为 10.7~85.6 μ g/mL。

精密称取华蟾毒配基 10.7 mg, 加甲醇定容至 10 mL, 得对照品贮备液 (1.07 mg/mL)。精密吸取

收稿日期: 2001-07-10

作者简介: 李亚芳 (1975-), 女, 浙江杭州人, 药师, 毕业于浙江医科大学, 主要从事药事管理及药品质量管理工作。

Tel 0571-87065701-3301

此溶液 100, 200, 300, 400, 500 μ L 置于 5 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀即得。以对照品浓度对峰面积平均值作图,华蟾毒配基线性回归方程为 $A = -10\,273.9 + 9\,658.6C$, $r = 0.999\,8$;结果表明华蟾毒配基呈良好线性,线性范围为 21.4~107.0 μ g/mL。

2.3 空白试验:按《中国药典》2000年版一部梅花点舌丸下方法制备缺蟾酥对照样品并依拟定色谱条件测定,结果在 HPLC 图谱上脂蟾毒配基、华蟾毒配基相应位置无峰,表明其它组分对测定无干扰(图 1)。

2.4 样品测定:取梅花点舌丸 10 丸,研细,取约 0.15 g,精密称定,加氯仿 100 mL,索氏提取 6 h,氯仿液蒸干,残渣加甲醇溶解并移入 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀即得。过 0.45 μ m 微孔滤膜后,进样。测定结果见表 1。

表 1 脂蟾毒配基、华蟾毒配基的测定结果 ($n = 5$)

批号	脂蟾毒配基		华蟾毒配基	
	含量 (mg/g)	RSD (%)	含量 (mg/g)	RSD (%)
010406	3.666 4	1.52	3.531 7	1.50
010409	3.721 9	0.56	3.539 0	0.81
010410	3.895 0	0.92	3.674 6	0.44

2.5 精密度考察:取同一浓度对照品连续 8 次进样,以峰面积计算,脂蟾毒配基 RSD 为 0.44%;华蟾毒配基 RSD 为 0.11%。

2.6 稳定性试验:取同一样品,每隔 1 h 进样 1 次,结果样品中脂蟾毒配基 RSD 为 0.74%;华蟾毒配基 RSD 为 0.72% ($n = 5$)。取同一样品,每隔一天进

样 1 次,结果样品中脂蟾毒配基 RSD 为 0.97%;华蟾毒配基 RSD 为 0.69% ($n = 3$)。

2.7 重复性试验:取同一批号梅花点舌丸各 5 份,按样品测定项下测定,结果样品中脂蟾毒配基 RSD 为 1.52%;华蟾毒配基 RSD 为 1.50% ($n = 5$)。

2.8 加样回收率试验:精密称取已知含量的梅花点舌丸(批号 010406)内容物粉末 5 份,加入脂蟾毒配基、华蟾毒配基各适量,按样品测定项下测定。测得脂蟾毒配基的平均加样回收率为 97.40%,RSD 为 2.22%;华蟾毒配基的平均加样回收率为 97.78%,RSD 为 2.63%。

3 讨论

3.1 反相高效液相色谱法测定脂蟾毒配基、华蟾毒配基,脂蟾毒配基保留时间为 11 min,塔板数大于 8 000;华蟾毒配基保留时间为 10 min,塔板数大于 7 000。经空白实验(处方中无蟾酥)证明,在脂蟾毒配基、华蟾毒配基相应位置上无峰出现,表明空白样品无干扰。

3.2 样品用氯仿分别进行 4, 6, 7, 8 h 的回流提取,得到的样品溶液经测定,提取 6 h 后结果基本稳定。表明 6 h 已提取完全。

3.3 根据参考文献^[1,2],试验了不同的流动相,结果以乙腈-0.5% KH_2PO_4 溶液(50:50)分离度较好,保留时间适宜。

参考文献:

- [1] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定 [M]. 北京:人民卫生出版社,1997.
- [2] 中国药典 [S]. 2000 年版. 一部.

不同产地的地黄中梓醇含量比较

李更生,刘长河,王慧森,张留记

(河南省中医药研究院,河南 郑州 450004)

摘要:目的 采用薄层扫描法测定了不同产地的地黄中梓醇的含量。方法 以氯仿-甲醇-水(7:4:0.5)为展开剂,10% 硫酸-乙醇为显示剂,413 nm 为扫描波长,反射法扫描。结果 河南温县产地黄中梓醇含量较高,山东嘉祥产地黄中梓醇含量较低。结论 怀地黄作为道地药材有其物质基础。

关键词:地黄;梓醇;薄层扫描法

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2002)02-0126-03

收稿日期:2001-07-10

基金项目:“九五”国家攻关课题(No. 969030204)

作者简介:李更生(1962-),男,河南信阳人,硕士,副研究员,1994 年获北京医科大学硕士学位,主要从事天然药物化学、中药分析的研究,主持和参加多项国家局、省自然科学基金项目,获国家中医药局科技进步二等奖 1 项、省科技进步二等奖 2 项、省中医药科技进步一等奖 1 项,发表学术论文 20 余篇。Tel 0371-6336574 E-mail lgshn@sohu.com