

品溶液制备项下方法操作,计算回收率,结果平均回收率为 96.1%,RSD为 0.5% ($n=4$)

2.10 样品含量的测定:取 3个批号的升血灵片,按供试品溶液制备方法,依法操作,在选定的条件下,进样 10 μ L,测定结果见表 1

3 讨论

3.1 经紫外吸收图谱扫描,大黄素在 288 439 nm 处有吸收,但在实验中发现 288 nm 处杂质对大黄

素干扰较大,故选用 439 nm 波长

表 1 升血灵片中大黄素的含量测定结果 ($n=3$)

Table 1 Emodin in Shengxueling Tablet ($n=3$)		
批号	大黄素 /(μ g $\cdot$ 片 $^{-1}$)	RSD %
001212	26.28	0.25
010702	27.15	0.17
020309	27.63	0.12

3.2 通过 HPLC定量大黄素能较好地控制质量,可供升血灵片制定质量标准参考。

HPLC法测定妇科止带片中盐酸小檗碱的含量

任孝德¹,屠万倩¹,翟乙娟¹,侯文峰^{2*}

(1. 河南省中医药研究院,河南 郑州 450004; 2. 郑州市电信医院,河南 郑州 450000)

妇科止带片是《中华人民共和国卫生部药品标准》(WS-B-0077-89)收载的中成药,由黄柏、椿皮、五味子、龟板、茯苓、阿胶、山药 7味药材加工制成,具有清热燥湿、收敛止带的功效,用于慢性子宫炎、子宫内膜炎、阴道黏膜炎等引起的湿热型赤白带症的治疗。原标准中未收载含量测定项。本实验采用 HPLC法对该制剂中的盐酸小檗碱进行了含量测定,为更好地控制本品的内在质量提供了依据

1 仪器与试剂

岛津 LC-10Avp 系列高效液相色谱仪,岛津 SPD-M10Avp 紫外检测器,CLASS-LC10Avp 色谱工作站。盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号:0713-9605);妇科止带片(河南省奥林特制药厂,批号:020311 020318 020326);甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: Hypersil ODS C₁₈柱 (250

mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m);流动相: 甲醇-2% 磷酸二氢钠 (30:70,磷酸调 pH 3);体积流量: 1.0 mL/min;柱温: 40 $^{\circ}$ C;检测波长: 346 nm。理论板数按盐酸小檗碱计算应不低于 3 000

2.2 供试品溶液制备:取本品 10片,除去包衣,精密称定,粉碎成细粉,取 0.5 g,精密称定,置具塞三角瓶中,精密加入甲醇 25 mL,密塞,称定质量,超声处理 30 min,取出,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取盐酸小檗碱对照品 6.12 mg,置 10 mL 量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,摇匀。精密量取 1 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,摇匀,制成 0.0612 mg/mL 的溶液,即得。

2.4 空白试验:取缺黄柏的阴性对照,按供试品溶液制备方法制备空白对照溶液,进样,测定,结果空白对照溶液色谱中无盐酸小檗碱相对应的色谱峰,见图 1

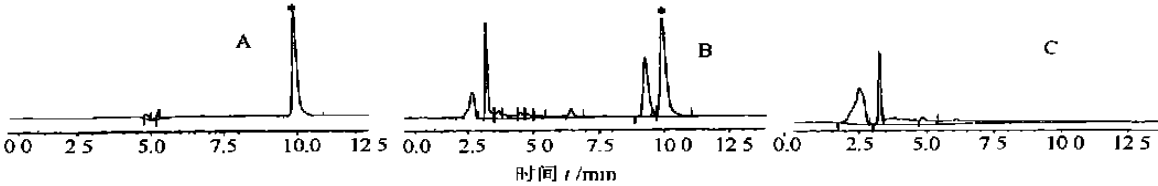


图 1 盐酸小檗碱对照品 (A) 妇科止带片 (B) 和阴性对照 (C) 的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC of berberine hydrochloride (A), Fukezhidai Tablet (B), and negative sample (C)

2.5 线性范围的考察:分别精密吸取盐酸小檗碱对照品溶液 2 4 6 8 10 μ L,按上述色谱条件进样测定。以盐酸小檗碱的量 (X) 为横坐标,峰面积积分值

(A) 为纵坐标,作线性回归,得回归方程 $A=3.6\times 10^6 X-202.53$, $r=0.9991$,结果表明盐酸小檗碱在 0.1224~0.6120 μ g 与峰面积线性关系良好。

* 收稿日期: 2003-11-13

2.6 精密度试验:精密吸取对照品溶液 5 μ L,重复进样 5次,按上述色谱条件测定,结果盐酸小檗碱峰面积的 RSD为 0.47%。

2.7 稳定性试验:精密吸取供试品溶液 5 μ L,每隔 2 h进样 1次,共测定 5次,结果盐酸小檗碱峰面积积分值的 RSD为 1.06% (n= 5) 表明供试品溶液在 8 h内基本稳定。

2.8 重现性试验:取同一批号(批号: 020318)样品,按 2.2项下方法分别制备供试品溶液,按上述色谱条件测定,结果盐酸小檗碱质量分数为 1.16 mg /片, RSD为 1.94% (n= 5)。

2.9 加样回收率试验:取已知含量的本品(批号: 020326, 1.17 mg /片,即 3.29 mg /g),除去包衣,研细,取 0.25 g,精密称定,精密加入盐酸小檗碱对照品溶液适量(盐酸小檗碱加入量为 0.84 mg),按 2.2项下方法处理,依法测定盐酸小檗碱质量分数,计算回收率。结果平均回收率为 100.65%, RSD为 1.21% (n= 5)。

2.10 样品测定:分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 5 μ L,注入液相色谱仪,测定,结果见表 1。

3 讨论

3.1 黄柏中盐酸小檗碱具有良好的抗菌作用,是较为理想的指标性成分。本试验根据文献报道^[1-3]的乙腈-水(30∶ 70,磷酸调 pH 2~ 3)、乙腈-水(40∶ 70,磷酸调 pH 2~ 3)、甲醇-0.33 mol/L磷酸二氢钾

溶液(30∶ 70,磷酸调 pH 2~ 3)、乙腈-0.5%磷酸二氢钠(25∶ 75)等多种流动相进行试验,均未能使盐酸小檗碱得到理想的分离。采用实验中流动相,供试品溶液中盐酸小檗碱与其他成分的吸收峰得到较好的分离,且峰形对称。

表 1 妇科止带片中盐酸小檗碱的含量 (n= 5)

Table 1 Berberine hydrochloride in Fukezhidai Tablet (n= 5)	
批 号	盐酸小檗碱 / (mg·片 ⁻¹)
020311	1.26
020318	1.16
020326	1.17

3.2 采用 40℃柱温进行测定,色谱分离效果更为稳定、理想。

3.3 本方法简单易行,方法学考察表明该方法重现性良好,为妇科止带片的质量控制提供较好的方法。

References

[1] Zhou Z F, Lin Z H, Zhuang X P, *et al.* Study on quality standard for Qingre Jiedu Oral Liquid [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1997, 19(1): 11-12.
[2] Rao W W, Zhong X F, Ji G J. Determination of berberine hydrochloride in Berberine Hydrochloride Tablet [J]. *J Beijing Univ Tradit Chin Med* (北京中医药大学学报), 1999, 22(4): 27-28.
[3] Jin P F, Miu H R, Qian Y P, *et al.* Determination of berberine hydrochloride and palmatine hydrochloride in Shuj Pill [J]. *Chin Tradit Pat med* (中成药), 2001, 23(1): 24-25.

正交试验优化 β-环糊精对荆芥、防风混合挥发油的包合工艺

姜玉凤,杨新建,王学艳*
(天津市长征医院 药剂科,天津 300021)

荆芥、防风为本院制剂皮一、皮二冲剂中主要药味,其主要成分为挥发油。在传统制剂中挥发油损耗较大,影响了制剂的质量。因此,本实验采用正交法摸索 β-环糊精(β-CD)包合挥发油的最佳条件。

1 仪器和试剂

挥发油测定仪(药典委员会监制), 78HW-1恒温磁力搅拌器(杭州仪表电机厂制造), β-环糊精(上海化学试剂采购供应站中心化工厂生产),荆芥、防风混合油(由本制剂室提供)。

2 方法与结果

2.1 因素水平的确定:在挥发油包合工艺的优选试验中,选用了对考察指标影响较大的挥发油与 β-环糊精、水配比和包合时间等 4个因素,见表 1。

2.2 包合试验:按每次试验条件,精密称取 β-环糊精适量,置于适当容器中,加入蒸馏水适量,加热搅拌使溶解,制成澄明的溶液,置磁力搅拌器上搅拌,恒温至 45℃。另取挥发油加规定体积分数的乙醇 8倍量混合,在搅拌条件下缓缓滴入 β-环糊精的水溶液中,继续搅拌至规定时间,静置冷藏 24 h,自然滤过,干燥(45℃)称重。

* 收稿日期: 2003-11-10