

HPLC 光电二极管矩阵检测器测定 龙胆泻肝丸中龙胆苦苷的含量

江西中医学院药理学系(南昌 330006) 许 军^{*} 彭 红 杨武亮

摘 要 用 HPLC 光电二极管矩阵检测器测定龙胆泻肝丸中龙胆苦苷的含量,以 C_{18} 柱,甲醇-水-乙腈(1:4:2)为流动相,检测波长 270 nm。该方法线性关系优良,平均加样回收率为 100.48%, RSD 1.57%,可作为龙胆泻肝丸的含量测定方法。

关键词 HPLC 龙胆泻肝丸 龙胆苦苷

龙胆泻肝丸系 1995 版中国药典收载^[1],具有清肝胆、利湿热功效。本丸由龙胆、柴胡、黄芩等 10 味药材制成水泛丸,君药为龙胆。据分析^[2]龙胆中含有裂蒽醚萜苷类苦味成分龙胆苦苷、当药苷、当药苦苷,药理研究结果表明,龙胆苦苷能促进胃液分泌,具抗炎利胆等作用,是龙胆药材的主要有效成分^[3]。本丸中仅龙胆中含龙胆苦苷成分。为了控制龙胆泻肝丸产品质量,在中国药典 1995 版未收载定量分析情况下,研究制定了 HPLC 光电二极管矩阵检测器测定龙胆泻肝丸中龙胆苦苷的含量方法。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪、510 泵, U6K 进样器, 996 光电二极管矩阵检测器, YWG- C_{18} 柱(10 μm , 4.0 mm $\times$ 200 mm), SB 200 超声波清洗器。

龙胆苦苷对照品:中国药品生物制品检定所(供鉴别用,经精制而成,归一化含量为 99.59%);龙胆泻肝丸(按 1995 版中国药典方法自制);乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:用 18 烷基键合硅胶为分析柱,甲醇-水-乙腈(1:4:2)为流动相,流速 1.0 mL/min,检测波长经二极管矩阵检测为 270 nm(图 1)。

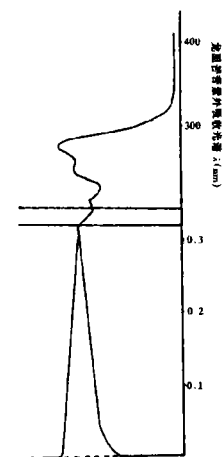


图 1 龙胆苦苷对照品 HPLC 图

归方程为 $Y = 587930X + 183155$, $r = 0.9994$ 。

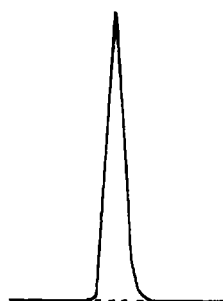


图 2 龙胆泻肝丸样品 HPLC 图

外标峰面积法计算含量,见表 1。

2.2 标准曲线制备:精密称取龙胆苦苷对照品 15 mg,置 10 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,作为对照品溶液,精密吸取对照品溶液 2、4、6、8、10、12 μL 分别进样,测定色谱峰面积,以龙胆苦苷为纵坐标,色谱峰面积为横坐标,绘制标准曲线,结果在此范围内呈良好的线性关系。

2.3 样品的测定:精密称取样品 10 g 碾细置 100 mL 碘量瓶中,加水 50 mL 超声提取,滤过,精密吸取续滤液 25 mL,置分液漏斗中加水饱和的正丁醇振摇萃取,合并

正丁醇液,蒸干,残渣加

甲醇溶解后置 10 mL 量瓶中加甲醇至刻度,摇匀,精密吸取 10 μL 注入液相色谱仪(图 2),

^{*} Address: Xu Jun, Department of Pharmacy, Jiangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanchang
许 军 男,副教授,1982 年毕业于江西中医学院药理学系,理学士,现为药物化学教研室主任。主要从事中药成分的结构改造及中药成分分析方面的研究。

2.4 重现性实验:取样品续进行5次平行实验 $RSD=1.16\%$ 。

2.5 回收率实验:精密称取龙胆苦苷一定量置100 mL 碘量瓶中,再精密称取已测含量的样品,照样品测定方法测定,加样回收率为100.48%, RSD 为1.57%。

表1 样品测定结果($n=3$)

批号	平均含量%	$RSD\%$
970305	0.144	1.16
970308	0.153	1.06
970311	0.150	1.24

3 讨论

通过HPLC 光电二极管矩阵检测器测定龙胆泻肝丸中君药龙胆中龙胆苦苷含量,可有效地控制该产品质量,提高中成药研制水平。经过筛选HPLC 流动相选取较佳的流动相配比,使样品达到基线分离。因《中国药典》1995版一部未收载该产品含量测定项,所以该方法可作为补充方法对该产品进行质量控制。

参考文献

1 中华人民共和国药典·一部,1995:455
2 国家医药管理局中草药情报中心站编·植物药有效成分手册·北京:人民卫生出版社,1986:497
3 罗集鹏,等·药学学报,1986,21(1):40

(1998-08-12 收稿)

应用湿式加入法提高芪蒺降糖丸 GLBN 含量均匀度

广州中药一厂研究所(510130) 赵春梅 陈创然 李惠霞 冯所安

芪蒺降糖丸是一种中西药结合成药,十多年来经临床运用,疗效确切,为确保药品疗效,对GLBN 含量均匀度进行了研究。

1 药品与仪器

仪器:日本岛津LC-10A 高效液相色谱仪;芪蒺降糖丸由广州中药一厂生产。

2 方法

2.1 控制干模丸:严格控制筛丸孔径及工艺操作,控制干模丸均匀度,干模丸达到23.5~24.5 g/100粒。

2.2 湿式加入法:借鉴片剂薄膜包衣技术,筛选溶液配方、加入量、操作工艺和干燥温度。

2.3 药物稳定性试验:按新药审批办法《有关中药部分的修订和补充规定》附件1^[1]进行初步稳定性试验(37℃~40℃,相对湿度75%),连续3个月。

3 结果

3.1 用LC-10A 高效液相色谱仪按GLBN 测定方法测得10个平行数据,GLBN 平均含量109.89%, RSD 值为1.14%。

3.2 用湿式加入法共生产18批芪蒺降糖丸,其GLBN 平均含量为98.94%, RSD 为5.11%。留样18批干式加入法,其GLBN 平均含量为70.31%, RSD 为22.57%,可见用湿式加入法后,产品的内在质量有较大提高。见表1。

表1 干、湿式加入法 GLBN 含量对比统计

干式加入法				湿式加入法				干式加入法				湿式加入法			
批次	含量(%)	n	$RSD(\%)$	含量(%)	n	$RSD(\%)$		批次	含量(%)	n	$RSD(\%)$	含量(%)	n	$RSD(\%)$	
1	69.31			103.90	3	3.73		11	62.88			89.93	5	5.10	
2	64.69			112.39	3	7.09		12	67.98			87.91	5	4.04	
3	69.54			10.624	5	4.42		13	75.63	3	21.43	101.90	5	4.40	
4	71.25			106.03	5	4.90		14	77.01	3	30.21	94.77	5	4.78	
5	75.24			99.03	5	5.47		15	65.68	3	35.07	89.73	5	6.17	
6	73.57			98.91	5	2.99		16	77.41	3	14.90	92.55	5	5.71	
7	58.45			95.87	5	4.94		17	76.98	3	18.71	90.36	5	5.79	
8	66.36			99.94	5	5.98		18	78.99	3	15.08	96.30	5	4.59	
9	54.22			114.27	5	6.52		$\bar{x}$	70.31		22.57	98.94		5.11	
10	80.32			100.94	5	5.36									

3.3 药物稳定性:对用湿式加入法所生产4批药物

按药物稳定性加速试验观察3个月,结果表明,