

HPLC 法测定牛黄清心丸中甘草酸含量

天津达仁堂制药厂(300142) 杜海燕* 徐晓阳 金兆祥 杜克文
何跃华 罗辉 宋如松

摘要 用 HPLC 法测定牛黄清心丸中甘草酸的含量。采用 ODS-5 柱, 4.6 mm×150 mm, 流动相为 0.05 mol/L KH_2PO_4 (pH=2.5)-MeCN(21:10), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长 254 nm。测定结果平均回收率为 98.82%, RSD 为 1.12%。检测量在 0.564~2.068 μg 之间线性关系良好。

关键词 牛黄清心丸 甘草酸 含量测定 HPLC 法

牛黄清心丸是由牛黄、当归、甘草、冰片等 29 味中药组成的大蜜丸制剂, 用于清心化痰, 镇惊祛风。为了保证产品质量, 方便患者服用, 改成水蜜丸, 并选择测定甘草酸的含量作为质量控制的一个指标。有关甘草酸的测定方法, 文献报道有薄层扫描法^[1]、薄层紫外法^[2]、薄层光密度法^[3]和 HPLC 法^[4~6], 经比较我们采用 HPLC 法测定牛黄清心丸中甘草酸的含量, 方法简便, 测定迅速, 结果准确、稳定。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-6A 高效液相色谱系统, SPD-6AV 紫外检测器; SCL-6A 系统控制器; CTO-6A 恒温箱; CR-3A 数据处理机。

甘草酸对照品购自中国药品生物制品检定所(供含量测定用); 牛黄清心丸由天津达仁堂制药厂提供。乙腈为色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

2 色谱条件

ODS-5 分析柱(4.6 mm×150 mm), 流动相: 0.05 mol/L KH_2PO_4 (pH = 2.5)-MeCN(21:10), 检测波长: 254 nm, 流速: 1.0 mL/min, 柱温: 40℃, 进样量: 均为 10 μL , 纸速: 2 mm/min。

3 方法与结果

3.1 线性关系试验: 精密称取甘草酸适量,

用 50%乙醇制成 0.188 mg/mL 溶液, 作为对照品溶液。精密吸取上述溶液 3、5、7、9、11 μL , 按上述色谱条件依次进样分析、测定, 以对照品进样量为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 得回归方程 $Y = -1.1 \times 10^2 + 1.32 \times 10^2 X$, $r = 0.9999$ 。线性范围 0.564~2.068 μg 。

3.2 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 5 μL , 重复进样 5 次, 测定结果 $RSD = 0.76\%$ 。表明仪器精密度较好。

3.3 样品测定: 取样品 40 粒, 剪碎, 混匀, 精称 2.0 g 于 10 mL 离心管中, 加 50%乙醇至刻度, 超声波提取 15 min, 离心(转速为 3 000 r/min)。取上清液, 残渣用 50%乙醇再提取 2 次, 合并上清液于 50 mL 容量瓶中, 用 50%乙醇稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm 滤膜过滤, 作为供试品溶液。精密吸取对照品溶液及供试品溶液各 10 μL 进样, 照上述色谱条件测定, 用外标一点法计算, 结果见表 1。

表 1 牛黄清心水蜜丸中甘草酸含量测定结果(n=3)

批号	970601	970602	970603
甘草酸含量	0.283	0.294	0.266
RSD(%)	1.27	1.19	1.15

3.4 稳定性试验: 取样品溶液(批号 970501), 在 0、1、2、3、4、5 h 分别进样 10 μL , 记录峰面积, 结果 6 次进样峰面积的 RSD 为

* Address: Du Haiyan, Tianjin Darentang Pharmaceutical Factory, Tianjin

杜海燕 女, 1990 年毕业于沈阳药科大学中药系, 获理学学士学位。现在天津达仁堂制药厂技术开发科任职, 工程师。主要从事中药新药的研制与开发及中成药制剂质量标准的制订工作。先后参与了本厂 4 个三类新药的研究与开发以及 10 余个老产品质量标准的制订工作。在国内公开刊物上发表论文 2 篇。

1.99%。说明供试品溶液的吸收面积在5 h内基本无变化,较稳定。

3.5 重复性试验:取同一批样品,精密称取6份,按样品含量测定方法提取、测定、计算。平均含量为0.290%,*RSD*为1.19%。

3.6 加样回收率试验:取同批甘草酸含量为0.280%的样品,剪碎,混匀,精密称取5份各1.0 g,各精密加入0.56 mg/mL的甘草酸对照品溶液5 mL,均依样品测定项下方法操作,计算回收率为98.82%,*RSD*为1.12%。

3.7 牛黄清心丸空白试验:照上述色谱条件测定牛黄清心丸空白样品(不含甘草的牛黄清心丸样品)与甘草酸对照品液测定结果相比较,在甘草酸出峰位置处无其他干扰。

4 小结与讨论

4.1 波长的选择:文献^[4~6]报道甘草酸的检测波长有238、248、280 nm不等。本文应用紫外分光光度计测定甘草酸的紫外吸收光谱图,在254 nm处有最大吸收,故选择254 nm为检测波长。

4.2 流动相的选择:牛黄清心丸为中药大复

方制剂,药味复杂。实验中考察了多种流动相,发现提高流动相的酸性可以改善样品峰的峰形及分离度,又考虑pH太低不利于色谱柱的保养,故加入0.05 mol/L KH_2PO_4 缓冲液。结果表明,本文流动相采用0.05 mol/L KH_2PO_4 (pH=2.5)-MeCN(21:10)可排除处方中共存的药材和杂质的干扰,甘草酸峰形良好,与杂质峰达基线分离。

4.3 缓冲液的配制:精称6.8 g KH_2PO_4 ,置1 000 mL容量瓶中,加入2 mL磷酸,用水稀释至刻度,摇匀,即得0.05 mol/L KH_2PO_4 (pH=2.5)的缓冲液,该缓冲液必须现用现配。

参考文献

- 1 石力夫,等. 中草药,1993,24(6):296
- 2 毛丽珍,等. 中成药,1992,14(8):18
- 3 任家礼,等. 中草药,1990,21(1):18
- 4 王 荣,等. 中国药学杂志,1996,31(9):548
- 5 朱维华. 药物分析杂志,1994,14(5):47
- 6 崔铨玖,等. 药物分析杂志,1996,16(5):323

(1998-12-25 收稿)

三蛇胆川贝糖浆中麻黄碱的鉴别与含量测定

广西药品检验所(南宁 530021) 甘勇强*

摘 要 用TLC法和HPLC法对三蛇胆川贝糖浆中麻黄碱进行定性鉴别和含量测定。含量测定采用 μ Bondapak C_{18} 柱(4.6 mm \times 300 mm 10 μ),以乙腈-水-磷酸-十二烷基硫酸钠(38:62:0.1:0.5)为流动相,检测波长207 nm,回收率为96.9%,*RSD*为1.38%。

关键词 三蛇胆川贝糖浆 麻黄碱 鉴别 含量测定

三蛇胆川贝糖浆是《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第三册(1991年)收录的品种,由三蛇胆、川贝、麻黄等组成,具有清热润肺,化痰、止咳之功,为常用的中成药。部颁标准中有生物碱试管反应鉴别,

无专属性强的薄层色谱鉴别和含量测定项目。为更好地控制药品质量,保证用药安全、有效,对方中的麻黄所含有有效成分麻黄碱进行TLC鉴别和HPLC含量测定。

1 仪器、样品及试剂

* Address: Gan Yongqiang, Guangxi Institute for Drug Control, Nanning
甘勇强 1987年7月毕业于广西中医学院药学系,获医学学士学位,现任主管药师,从事药品质量标准的研究和药品的仪器分析工作,在《中国药事》、《广西中医药》等杂志上发表学术论文数篇。