

图中显示,该色谱条件下,槲皮素和异鼠李素两个成分能达到基线分离且峰形良好。

2.4 线性关系:取槲皮素对照品用甲醇配成 $170.8 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液,另取异鼠李素对照品用甲醇配成 $132.6 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液,分别吸取上述对照品溶液各 $0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 \text{ mL}$ 等量混合,并各加甲醇至 10 mL ,摇匀,按以上色谱条件分别取 $20 \mu\text{L}$ 进样,记录色谱图,以对照品浓度 $C (\mu\text{g}/\text{mL})$ 为横坐标,峰面积 A 为纵坐标,进行线性回归。测得槲皮素线性范围: $8.5 \sim 59.8 \mu\text{g}/\text{mL}$, 回归方程为: $A = 2.785 \times 10^4 C - 1.43 \times 10^3$, $r = 1.000$; 异鼠李素线性范围: $6.6 \sim 46.4 \mu\text{g}/\text{mL}$, 回归方程为: $A = 2.63 \times 10^4 C - 2.11 \times 10^3$, $r = 0.999$ 。

2.5 精密度的试验:取槲皮素 $34.16 \mu\text{g}/\text{mL}$ 和异鼠李素 $26.52 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的对照品混合溶液,在以上色谱条件下进行日内、日间精密度的测定。槲皮素、异鼠李素的日内精密度的分别为 0.42% 、 0.59% ($n = 6$); 日间精密度的分别为 0.30% 、 0.66% ($n = 6$)。

2.6 干扰试验:按处方比例同法配制空白辅料溶液,按上述色谱条件取 $20 \mu\text{L}$ 进样,得到该空白溶液色谱图,为一条除溶剂峰外无明显其它色谱峰的直线(见图 1),可排除辅料对该药两个组分含量测定的干扰。

2.7 稳定性试验:取样品溶液在室温下放置 $0, 1, 2, 3, 4, 5 \text{ d}$ 后测定,以峰面积计算槲皮素、异鼠李素 RSD 分别为 0.95% 、 1.30% ($n = 6$),说明样品溶液在配制好后 5 d 内测定,结果稳定。

2.8 回收率试验:取槲皮素、异鼠李素对照品用甲醇各配制成 3 个不同浓度,每个浓度各取 3 个样,加入到已知含量的心达康胶囊样品中,照上述选定的色谱条件测定,计算回收率。结果槲皮素和异鼠李素的平均回收率和 RSD 分别为 99.0% 、 0.80% ($n = 9$), 99.5% 、 0.68% ($n = 9$)。

2.9 样品测定:取 20 粒心达康胶囊的内容物,混匀,取约 0.25 g ,精密称定,置 100 mL 容量瓶中,加甲醇使溶解,并稀释到刻度,另用甲醇配制槲皮素 $35 \mu\text{g}/\text{mL}$ 和异鼠李素 $25 \mu\text{g}/\text{mL}$ 对照品溶液,按上述选定的条件测定,以峰面积计算,结果见表 1。

3 讨论

3.1 本实验中曾选择甲醇-水、乙腈- 0.02 mol/L 磷酸溶液等体系为流动相进行试验,结果显示甲醇- 0.02 mol/L 磷酸溶液 ($56:44$) 较为适宜,两个组分分离度好,峰形理想。

表 1 心达康胶囊含量测定结果 ($n = 3$)

批号	含量 (mg/粒)		$RSD (\%)$	
	槲皮素	异鼠李素	槲皮素	异鼠李素
010101	3.30	2.01	1.31	1.00
010102	3.25	1.96	1.14	1.51
010302	3.00	1.87	1.64	1.65

3.2 心达康胶囊是由沙棘经加工并用乙醇提取后制成的,沙棘含有黄酮类化合物。本实验建立了 HPLC 法同时测定该胶囊中槲皮素、异鼠李素的含量,方法简便,重现性好,经各项方法学考察,结果满意。该方法为心达康胶囊的成分分析提供了有力的依据,也为加强该药的质量控制提供了有效手段。

海马补肾口服液中乌头碱含量测定

陈丽宇,杜小英,祖桂英

(天津医药科学研究所,天津 300070)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)02-0132-02

海马补肾口服液是天津乐仁堂药厂在丸剂配方的基础上,应用先进的提取技术将有效成分提出精制而成的口服液剂型。海马补肾口服液属复方滋补强壮药,主要由海马、鹿茸、人参、黄芪、淫羊藿等 30 多种动植物药组成,其组方中附子具有回阳救逆,补火助阳,驱风寒湿邪的作用,但附子具有一定毒性,

主要毒性作用成分是乌头碱,在其制剂中有效地控制乌头碱的含量,既能保证其功效又能保证用药的安全性^[1],我们所建立的 HPLC 法能快速准确地测定海马补肾口服液中乌头碱的含量,该方法为中药生产质量化、标准化提供依据,适用于中药制剂的质量监控和临床用药的质量监测。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂: 岛津 LC-3A 高效液相色谱仪, SPD-1 检测器, CR-1B 数据处理机, 国产 YWG-C₁₈ (4.6 mm × 250 mm) 色谱柱; 乌头碱对照品由 E. Merk 公司提供; 海马补肾口服液由天津乐仁堂药厂提供; 所用试剂均为分析纯。

1.2 标准曲线制备: 对照品溶液的配制: 精密称取乌头碱对照品 3 mg 置于 5 mL 容量瓶中, 用二氯甲烷溶解并稀释至刻度, 置冰箱中备用。

标准曲线制备: 精密量取上述对照品溶液 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.5 mL 置 5 mL 容量瓶中, 用二氯甲烷稀释至刻度, 量取 20 mL 进样分析。色谱条件: 流动相 甲醇-水-氯仿-三乙胺 (70: 30: 3: 0.2), 检测波长 240 nm, 检测灵敏度 0.08 AUFS, 流速 0.6 mL/min, 室温测定。以样品浓度为横坐标 X , 峰面积为纵坐标 Y 作标准曲线, 回归方程: $Y = 0.0050X + 0.0533$, $r = 0.9983$ 线性范围: 24~180 μg/mL。

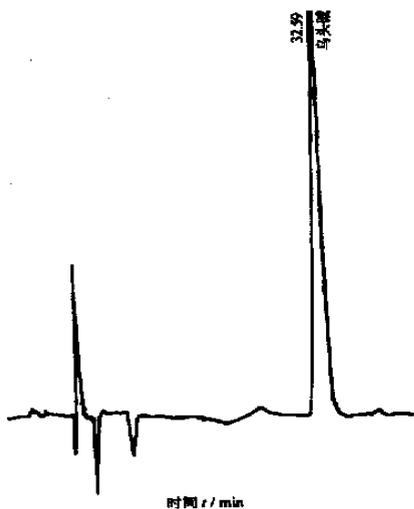


图 1 乌头碱对照品 HPLC 图谱

1.3 样品测定: 取每瓶 10 mL 的海马补肾口服液 2

瓶置分液漏斗中, 加入 2 mL 10% 氨试液混匀, 加入乙醚 20 mL, 振摇提取 5 min, 静置分层, 分出乙醚层, 同法用乙醚再提取 2 次, 合并乙醚提取液置圆底烧瓶中蒸干乙醚, 残渣用二氯甲烷溶解并转移至 1 mL 容量瓶中, 定容至刻度, 取 20 μL 进行色谱分析, 外标峰高法定量计算。

表 1 口服液中乌头碱的含量 (n=3)

批号	含量 (μg/10 mL)	RSD (%)
0618	3.227	0.929
0704	3.506	0.916
0712	3.323	1.632

1.4 回收率试验: 取同一批号样品 6 份, 每份分别加入浓度为 0.082 2 mg/mL 的乌头碱对照品溶液 0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mL, 同乌头碱含量测定方法操作。结果平均回收率为 95.1%, RSD 为 0.958%。

1.5 重现性试验: 取同一样品, 进样分析, 得到的峰面积的数值, 其 RSD 为 3.29% (n=8)。保留时间 RSD=0.69% (n=8)。

2 讨论

2.1 液相色谱应用于大复方制剂中有效成分的分析是简单便捷的方法, 我们曾对复方海马补肾丸中乌头碱、淫羊藿苷进行过定量分析并取得较好的实验结果^[2,3]。

2.2 样品的乙醚提取液残渣在二氯甲烷中较稳定, 而在甲酸中易分解, 因此样品溶液首选二氯甲烷为溶剂, 口服液样品经 3 次提取, 能达到定量分析要求, 样品提取在碱性条件下可以避免乌头碱分解。

参考文献:

[1] 王玉珍, 沙明. 二阶导数光谱法测定小活络丸中总生物碱的含量 [J]. 中草药, 1988, 19(6): 16-18.
 [2] 陈丽宇, 张晓平, 马祖强, 等. 海马补肾丸中乌头碱的 RP-HPLC 法测定 [J]. 中草药, 1990, 21(10): 18-20.
 [3] 张晓平, 陈丽宇, 王强, 等. 海马补肾丸中淫羊藿苷的高效液相色谱法测定 [J]. 中草药, 1990, 21(2): 15-16.

《中草药》杂志 2001 年增刊征订启事

为了促进中药现代化的研究进程, 加强中药新药研究与开发的信息交流, 商讨我国入关后中药产业的发展新对策, 推动西部药用植物资源的保护、开发和利用, 《中草药》杂志编辑部于 2001 年 10 月中旬在四川省成都市召开“第三届中药新药研究与开发信息交流会暨《中草药》杂志第七届编委会”。为了配合此次会议的召开, 经国家科技部国科财便字 (2001) 066 号文批准, 我们编辑出版了《中草药》杂志 2001 年第 32 卷增刊。本增刊共收载论文 150 余篇, 特邀中国工程院院士和国内十多位知名专家和中青年学科带头人就中药新药研究的热点问题撰写综述文章, 另外, 还有反映国内近年来中药植化、药理、分析、制剂、药材及临床等方面的新理论、新方法和新成就的科研论文和综述性文章。

增刊为大 16 开本, 200 页 (约 50 万字), 天津市报刊增刊特许准印证 (2001) 第 098 号, 定价 65 元, 另加包装费、邮费 5 元。凡订阅者请向我部索取订单: 300193 天津市鞍山西道 308 号《中草药》杂志编辑部。