

- [3] 张涛. 丹参提取工艺及复方丹参制剂临床应用概况[J]. 时珍国医国药, 1999, 10(5): 378-379.
- [4] 郭姣, 何伟, 陈宝田. 复方参茸调脂胶囊提取工艺的研究[J]. 中药材, 2006, 29(6): 598-600.

- [5] 李蓉, 毕华. 复方丹参注射液制备工艺中丹参提取工艺的研究[J]. 医学理论与实践, 2006, 19(6): 727-729.

(收稿日期 2008-12-01)

HPLC 法测定降糖益肾片中牛蒡苷

刘德茂¹, 史德胜²

(1. 大连公安医院 药剂科, 辽宁 大连 116011; 2. 天津丹溪国药研究所 中药室, 天津 300061)

摘要:目的 建立降糖益肾片的质量标准。方法 采用 HPLC 法测定降糖益肾片中的牛蒡苷。结果 HPLC 法能准确地测定牛蒡苷。进样量 0.050 2~0.401 6 mg/mL, 牛蒡苷质量浓度与峰面积呈良好的线性关系。 $r=0.999\ 9$; 平均加样回收率为 100.26%, RSD 为 1.50% ($n=6$)。结论 该方法准确、可靠, 重现性良好, 可作为控制降糖益肾片质量的方法。

关键词:降糖益肾片; 质量标准; HPLC

中图分类号:R286.4

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2009)03-0171-02

降糖益肾片是以牛蒡子为原料提取制得的中药制剂, 具有补肝益肾、逐瘀通经之功效, 临床常用于糖尿病及其急、慢性肾病并发症, 能显著改善糖尿病肾病症状, 具有良好的治疗作用。现代药理学研究结果表明, 牛蒡子中活性成分为牛蒡苷元, 口服时牛蒡苷在肠内菌的作用下很快转变为牛蒡苷元。由于药材中游离存在的牛蒡苷元较少, 故以牛蒡子中的牛蒡苷为指标成分。本实验采用 HPLC 法测定降糖益肾片中牛蒡苷, 该方法灵敏、准确, 可很好地控制降糖益肾片的质量。

1 仪器与试剂

LC-10A 型高效液相色谱仪(日本岛津); SPD-10A 紫外检测器(日本岛津); Anstar 色谱工作站; 乙腈为色谱纯, 水为蒸馏水, 其他试剂为分析纯。牛蒡苷对照品(批号 0819-200203)由中国药品生物制品检定所提供。降糖益肾片(批号 060312、060313、060314)由大公安医院制剂室提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为 Irregular C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 10 μ m); 流动相: 乙腈-水-10%磷酸(27:73:0.1); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 280 nm; 柱温: 35 $^{\circ}$ C; 进样量: 20 μ L; 理论塔板数按牛蒡苷峰计算应不低于 1 500。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取牛蒡苷对照品 25.10 mg 置 25 mL 量

瓶中, 加甲醇溶解稀释至刻度, 摇匀, 作为储备液。精密量取 2 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 供试品溶液的制备

取本品 20 片(批号 060313), 研细, 取 0.03 g, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇适量, 超声处理 10 min, 再加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 0.45 μ m 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 线性关系考察

精密量取对照品储备液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 吸取 20 μ L 进样, 记录峰面积。以对照品的浓度为横坐标(X), 以相应的峰面积为纵坐标(Y), 进行线性回归, 得回归方程 $Y=12\ 180\ 995\ X-628\ 779$, $r=0.999\ 9$ 。牛蒡苷在 0.050 2~0.401 6 mg/mL 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验

取对照品溶液(质量浓度 0.200 8 mg/mL), 依法进样 6 次, 每次 20 μ L, 测定, 结果峰面积 RSD 为 0.69%。

2.6 稳定性试验

取同一供试品溶液(批号 060313), 按“2.1”项下色谱条件, 于 0、2、4、6、8、24 h 进样, 测得牛蒡苷峰面积的 RSD 为 0.40%, 表明本品在 24 h 内测定结果稳定。

2.7 重现性试验

取同一供试样品(批号 060313)平行制备 6 份供试品溶液,依法检测,测定牛蒡苷平均质量分数为 366.2 mg/g, RSD 为 1.36%。

2.8 回收率试验

取样品(批号 060313)约 15 mg,精密称定,共 6 份,加入牛蒡苷对照品溶液(1.006 mg/mL)5 mL,按“2.3”、“2.1”项下方法测定牛蒡苷,计算回收率。结果牛蒡苷平均回收率为 100.26%, RSD 为 1.50%。

2.9 样品测定

将 3 批样品(批号 060312、060313、060314)分别按“2.3”项下方法制备溶液,按“2.1”色谱条件分别进样 20 μ L,以外标法计算样品中牛蒡苷,结果见表 1,色谱图见图 1。

表 1 降糖益肾片中牛蒡苷的测定($n=3$)

批号	牛蒡苷/(mg·g ⁻¹)	RSD/%
060312	368.0	1.44
060313	366.2	1.36
060314	367.3	1.16

3 讨论

在选择测定牛蒡苷的色谱条件时,主要对流动

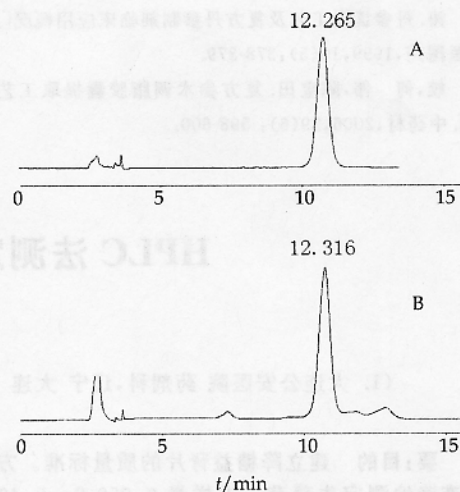


图 1 牛蒡苷对照品(A)和供试品(B)的 HPLC 图

相进行了研究,分别采用《中国药典》2005 版牛蒡子药材测定项下的流动相乙腈-水(27:73)及甲醇-乙腈-水(10:20:70)、乙腈-水(30:70)、乙腈-水-10%磷酸(27:73:0.1),经多次试验,发现以乙腈-水-10%磷酸(27:73:0.1)为流动相时牛蒡苷分离效果最佳。

(收稿日期 2008-12-11)

《现代药物与临床》征订启事与售过刊信息

经国家新闻出版管理部门批准,从 2009 年开始由天津药物研究院和中国药学会共同主办的国家级科技期刊《国外医药·植物药分册》更名为《现代药物与临床》(国内连续出版物号 CN 12-1407/R,国际连续出版物号 ISSN 1674-5515)。《现代药物与临床》杂志将继续关注国内外的植物药发展,同时拓展生物医药、化学药和现代中药领域的新成果,将药物研究与临床用药结合起来,为广大读者服务。现有少量《国外医药·植物药分册》1996~2008 年年度合订本,每年一本。1996、1997、1998、1999、2000、2001、2002、2003、2004、2005 年合订本,每本 80 元(含邮资);2006、2007、2008 年合订本,每本 90 元(含邮资)。

本刊自办发行,订阅请直接与编辑部联系。投稿须知请登录 www.tjipr.com。

欢迎广大读者踊跃订阅,欢迎广大作者积极投稿。

《现代药物与临床》编辑部

地址:天津市南开区鞍山西道 308 号

邮编:300193

电话:(022) 23006823

网址:www.tjipr.com

电子信箱:modernpharm@163.com

开户银行:天津市工商银行南门外支行

帐号:0302070109009716502

户名:天津药物研究院