

RP-HPLC测定穿心莲片中穿心莲内酯含量

成都中医学院(610075) 张艺* 孟宪丽 赖先荣 张希 徐敏

摘要 应用RP-HPLC法对3种不同生产单位共3批穿心莲片剂中穿心莲内酯含量进行了分析测定。

可作为穿心莲的质量控制方法

关键词 穿心莲片 反相高效液相色谱法 穿心莲内酯

穿心莲片剂收载于《中国药典》(1990年版一部)中的抗菌消炎药物,广泛用于上呼吸道、消化道的细菌感染所引起的各种疾病。关于穿心莲生药及其制剂的含量分析测定方法,已有比色法、薄层扫描法等应用〔张艺,等.中成药,1993,15(6):6〕。本文采用反相高效液相色谱法(RP-HPLC)测定了穿心莲片中的穿心莲内酯(andrographolide)的含量,方法简便、快速、准确。

1 实验材料

样品:山西省芮城县云河制药厂:910701;广州白云山制药厂:8904696-4;广州兴华制药厂:910507。对照品:穿心莲内酯,由中国药品生物制品检定所提供。

2 实验仪器

岛津LC-6A高效液相色谱仪,CTO-6A柱温箱,C-R3A数据处理机,SPD-6AV紫外检测器。

3 实验条件

3.1 色谱分离条件:色谱柱为Shimpack C₈柱(6×150mm,5μm),柱温30℃,流动相为甲醇-水(60:40),流速1ml/min,检测波长为225nm,量程0.04AUFS。

3.2 对照品溶液与供试品溶液的制备:精密称取穿心莲内酯对照品,用甲醇制成0.4mg/ml的对照品贮备溶液。再精密量取对照品贮备溶液0.2、0.4、0.6、0.8、1.0ml,分别置10ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,即得穿心莲内酯对照品溶液。

取不同生产厂家共3个批次的样品,分别剥去糖衣后粉碎过40目筛的细粉,精密称定0.5g,共平均3份。置于50ml量瓶中,加60%乙醇50.00ml,密闭,放置一夜后,经超声提取60min,用0.45μm孔径的微孔滤膜过滤,取滤液备用,即为供试品溶液。

4 线性关系

表1 线性关系考察(n=3)

| 进样量(μg) | 0.16 | 0.32 | 0.48 | 0.64 | 0.80 |
|------------------|-------|--------|------|--------|------|
| 峰面积(\bar{A}) | 501.5 | 1040.5 | 1562 | 2123.5 | 2567 |

精密吸取不同浓度的对照品溶液各20μl,注入液相色谱,测定峰面积,以峰面积和对照品溶液进样量进行线性回归计算。

结果见表1。穿心莲内酯对照品在0.16~0.40μg之间的线性关系良好,进样量与峰面积呈一条通过原点的直线。回归方程为:Y=3259.4X-5.9,r=0.9994。

5 精密度试验

同一浓度样品的供试品溶液,重复进样5次,测定结果 \bar{x} =0.2834%,CV=1.042%(n=5)。

6 回收率测定

精密称取已知含量的样品(去糖衣)0.5g,准确加入一定量的穿心莲内酯,依法测定,结果 \bar{x} =99.76%,CV=0.78%(n=3)。

*Address: Zhang Yi, Chengdu College of Traditional Chinese Medicine, Chengdu

7 样品测定

用RP-HPLC法测定3个生产厂家共3批样品, 结果见表2。色谱分离结果见图。

表2 样品测定结果

| 批号 | 910701 | 8904696-4 | 910507 |
|-------|--------|-----------|--------|
| 含量(%) | 0.773 | 0.189 | 0.285 |
| | 0.767 | 0.172 | 0.283 |
| | 0.767 | 0.167 | 0.284 |
| CV% | 0.43 | 1.3 | 0.31 |

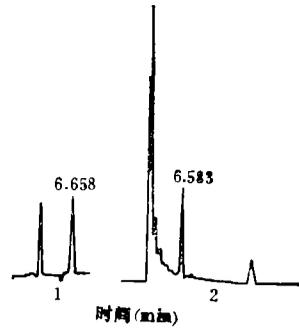


图 样品色谱图

1-对照品 2-样品液

8 讨论

经比较回流提取与超声提取二法提取效果, 认为超声60min即相当回流提取3h, 且干扰杂质减少, 穿心莲内酯达到基线分离。整个方法简便、快速、准确, 可作为穿心莲片的质量控制方法。

从测定结果可知, 不同生产厂家的样品穿心莲内酯含量存在较大的差异, 故在加工生产过程中, 应严格控制穿心莲药材及制剂的质量, 以保证临床疗效的可靠性和稳定性。

(1994-01-18收稿)

(上接第182页)

RSD<2%为佳。

4.2 供试品的测定: 根据测定的校正因子值, 按内标法计算供试品溶液A、B中栀子甙的含量并以表 酶解前后栀子甙含量比较 (n=4)

| 品名 | 栀子甙含量(%) | | 产地加工法 | 炮制温度(°C) |
|--------|----------|------|-------|----------|
| | 酶解前 | 酶解后 | | |
| 栀子(广西) | 8.36 | 6.95 | 直接干燥 | |
| 栀子(广西) | 8.44 | 8.16 | 蒸 | |
| 栀子(广西) | 8.28 | 8.00 | 沸水烫 | |
| 栀子(江西) | 5.74 | 5.61 | 笼煎蒸 | |
| 炒黄(江西) | 5.39 | 5.35 | " | 90~130 |
| 炒焦(江西) | 4.74 | 4.75 | " | 140~170 |
| 炒炭(江西) | 3.61 | 3.47 | " | 180~200 |

酶解前后作对比, 结果见表。

5 小结与讨论

5.1 实验结果可以看出栀子甙直接干燥后, 进行酶解试验, 栀子甙含量降低。经屉蒸或沸水烫后, 再干燥的样品, 酶解前后对比, 栀子甙变化不大, 说明栀子经蒸汽或沸水烫后, 基本上起到了杀酶保甙的作用, 炮制品酶解前后栀子甙变化也不大。

5.2 栀子中栀子甙是清热泻火的主要成分之一, 且生品经产地加工后, 基本上达到了破酶保甙的作用, 生品栀子甙含量高于炮制品(因为炮制后栀子甙受温度影响, 有分解现象), 所以建议某些用于泻火除烦, 肝胆湿热等成药中用生品比较合理(2), 因不同制品用于不同功效(3)。

参 考 文 献

- 1 中国药典。一部, 1990. 203
- 2 张德昌. 中成药研究, 1986, (8): 22
- 3 吴仪洛. 本草从新. 北京: 人民卫生出版社, 1991. 139

(1994-02-28收稿)

《中草药》广告刊登办法

1. 各医药厂商, 广告公司, 出版单位欲需刊登广告, 可直接与我刊编辑部联系。
2. 广告稿要求文字简明确切, 内容实事求是(以药政宣传批文为准), 药物广告要求注明药政部门审批文号, 宣传文号(附批文复印件), 图稿要符合制版要求。并附厂商单位加盖公章的公函、刊出广告刊登的位置和版面大小要求。
3. 广告刊出后, 本刊赠寄样张及杂志。
4. 广告收费标准: 封四(黑白)1200元, 封二整面(黑白)1000元, 封三整面(黑白)1000元, 插页整面(黑白)800元。

广告稿若委托本刊设计代绘, 另加设计代绘费, 黑白稿每幅80元。