

高效液相色谱法测定护肝片中五味子乙素的含量

黑龙江省药品检验所(哈尔滨 150001) 仲昭庆* 王清华 杨瑞琪

摘 要 采用高效液相色谱法,以主要有效成分五味子乙素为指标,测定护肝片中五味子乙素的含量。样品加样回收率为 98.50%,RSD=1.79%。色谱条件为 YWG C₁₈柱(10 μ , $\varnothing$ 4.6 $\times$ 250mm),甲醇-水(72:28)为流动相,流速 1ml/min。紫外检测波长 254nm。

关键词 高效液相色谱法 含量测定 护肝片 五味子乙素

护肝片由五味子、猪胆膏粉等五味中药材配伍,经制剂加工而成的片剂,对降低谷丙转氨酶^[1],治疗慢性肝炎效果较好,其主要有效成分为五味子乙素,但至今尚没有理想的含量测定方法。本文采用反相高效液相色谱,外标峰面积法测定护肝片中五味子乙素的含量,作为控制该药质量的指标,此方法具有操作简便,灵敏度高,准确好等优点。

1 仪器与试剂

美国光谱物理公司生产的 SP2000 高效液相色谱仪,SP2000 紫外检测器,SP4400 色谱数据处理机。

五味子乙素购自中国药品生物制品检定所;所用化学试剂均为分析纯;护肝片由黑龙江省五常制药厂生产。

2 色谱条件

色谱柱为 YWG C₁₈ 10 μ m, 4.6mm $\times$ 250mm,流动相为甲醇-水(78:28),流速 1ml/min,检测波长 254nm,灵敏度 0.128,进样量 20 μ l。

3 标准曲线制备

精密称取五味子乙素对照品加甲醇制成 0.1mg/ml 的对照品溶液,分别吸取对照品溶液 1.0,2.0,3.0,4.0,5.0ml 置于 5ml 容量瓶中,加甲醇定容。分别吸取以上 5 种浓度的对照品溶液,依次进样 20 μ l,高效液相测定,计算回归方程 $Y=0.2793X-0.0307$, $r=0.9994$,线性范围为 0.4~2.0 μ g。

4 样品的含量测定

取护肝片除去糖衣,研细,精密称取 2.5g,参照文献^[2]方法置索氏提取器中,加正己烷冷浸过夜后提取 6h,提取液 50 $^{\circ}$ C 水浴蒸干,残渣加甲醇溶解,滤于 25ml 量瓶中,甲醇稀释至刻度,作为供试品溶液。按色谱条件分析 7 批样品,结果五味子乙素含量分别为 0.2625、0.5820、0.3704、0.5185、0.3879、1.0813、0.7488mg/g。

5 加样回收率试验

精密称取五味子乙素对照品适量,加在已知五味子乙素含量的样品中,按样品含量测定方法测定,计算回收率,结果平均回收率为 98.50%,RSD=1.79%。

6 讨论

6.1 五味子中木脂素类成分较多,且结构相似,很难分离,本文采用高效液相色谱法分离效果较好(见图)。

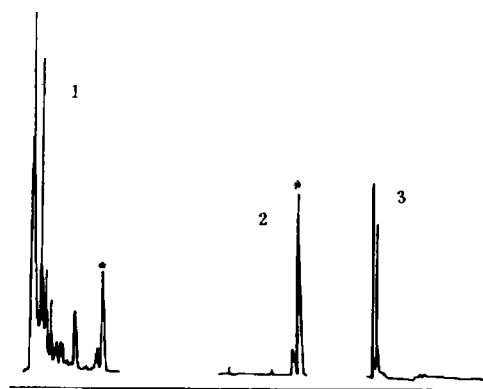


图 色谱图

1-供试品 2-五味子乙素对照 3-阴性液

*-五味子乙素色谱峰

* Address: Zhong Zhaoqing, Heilongjiang Provincial Institute for Drug Control, Harbin

6.2 样品五味子乙素含量测定的重现性良好,结果 $\bar{X}=0.588(n=10)$, $RSD=1.73\%$ 。

6.3 本实验测得护肝片各批号间五味子乙素含量差异较大,主要原因是五味子药材质量差异较大而造成。

参 考 文 献

1 王本祥,等.天津医药杂志,1995,(4):338
2 王珂,等.药学报,1990,25(1):49

(1995-06-29 收稿)

中药糖衣片着色不均的原因与改进办法

吉林省抚松制药二厂(134500) 杨永汉 杨春雷

中药糖衣片是制药厂家普遍采用的剂型。然而在中药糖衣片生产过程,由于中药品种繁多,成分复杂,各品种的特性各异,在制作中经常出现质量问题。特别是糖衣片着色不均,造成片面花斑、退色、变色、露边等现象,严重影响糖衣片的质量。为此,针对上述质量不稳定现象,笔者经过多年的分析研究,较好地解决了这一难题,主要措施如下:

1 糖衣层不平是着色不均的重要因素

在包粉衣层时,应精心操作,从严控制用糖浆和滑石粉的数量,严格按照工艺规程生产,使粉衣片达到边棱角圆滑,防止出现凹凸不平的现象,最后上几遍单糖浆拉平,方可开始着色。

2 从严控制色糖浆的用量

上浆时要掌握好药片与色浆的比例,色浆过少,则分布不均,过多则堆积片面,形成色斑,要根据基片数量,拟定合理用量,方可保证色浆分布均匀,从而避免深浅不一出现花斑。

3 上色衣层时,必须遵循由浅入深的原则

采取逐步加深、多次上浆的方法,特别是重色糖衣片更应如此。这种方法能掩盖细小斑点,最后消失花斑,逐渐达到色泽一致。

4 操作有色糖衣层,要严格控制罐内温度和吹风时间

温度是至关重要的,过高则出现片面粗糙,不易着色,吹风时间掌握不好则出现色浆在片面固定不

均,因此必须正确操作。

5 合理控制色糖浆的浓度

一般应控制在70%左右较为合理,过低则不易着色,粘附力差;过高浓度则因粘度太大,着色时易粘连,极易出现花斑。

6 防止油类外渗不易着色

对含有芳香油类和挥发油类的品种,应在底衣层中使用碳酸钙之类的吸收剂,防止油类外渗不易着色。对包衣的基片,要严格控制水分,不可超限。整个过程都要保持片子充分干燥,防止水分扩散造成糖衣片花斑或退色。

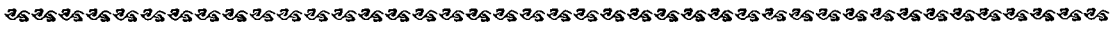
7 正确掌握打光方法

有色糖衣层的最后打光工序是极为关键的工序,必须从严控制药片的湿度。过湿打光则川蜡粘附在片面,不易磨掉,形成白色斑点。过干打光则不易光亮,造成光亮度不够。因此正确掌握打光方法,是非常重要的。

此外,由于食用色素是化学合成染料,稳定性较差,遇到酸碱极易发生化学变化,因此在配色浆时,应现用现配,不可放置过久,以免发生变色、脱色现象。

总之,糖衣片着色不均的原因是多方面的,必须全面系统地分析研究,总结实践经验。

(1995-10-16 收稿)



安徽高校联合培训部中医、兽医函授班招生

经省教委批准,第六期兽医、第十一期中医函授班继续向全国常年招生。使用全国高等院校统编教材,由专家教授辅导,详情见招生简章。中学以上文化程度免试入学。报名费三元,邮至安徽合肥市五里墩邮政 9-901 信箱于毅江收。款到寄给招生简章和入学登记表。邮编 230031 电话:(0551)5562566-626