

复方降脂袋泡剂的质量标准研究

天津医科大学药学院(300203)

周晶* 吕志进 乔卫

陕西省药品检验所

宋燕玲

摘要 介绍复方降脂袋泡剂的质量标准及初步稳定性实验,采用比色法测定了制剂中的总黄酮含量。

关键词 袋泡剂 质量标准 总黄酮

复方降脂袋泡剂是由山楂、决明子、马齿苋、绿茶等制备而成,所含有效成分为黄酮、蒽醌、有机酸、多糖等,具有降血压、降血脂^[1]、抗衰老、增强机体免疫力^[2]等作用。该制剂山楂作为主药,故选择黄酮类作为质量控制的主要成分。

1 仪器与试剂

722 型分光光度计; LDZ4-0.8 型离心机; 芦丁对照品(中国药品生物制品鉴定所); 所用试剂均为分析纯。

2 检查

以干燥失重法测定水分为 4.88%, 其重量差异小于 5%, 均符合 1995 版《中华人民共和国药典》对茶剂水分与重量的要求, 卫生学检查细菌总数与大肠杆菌两项指标均为合格。

3 鉴别

3.1 供试液的制备: 取本品 1 袋加入 10 mL 蒸馏水加热 10 min, 离心, 得供试液(1); 再取供试液(1) 4 mL, 加无水乙醇 20 mL, 静置片刻, 离心, 得沉淀, 以 2 mL 蒸馏水溶解沉淀得供试液(2)。

3.2 黄酮类成分的鉴别: 取供试液(1) 1 mL 置试管中, 加入镁粉适量, 再滴加 2 滴盐酸, 显红色并有气泡产生。

3.3 蒽醌类成分的鉴别: 取供试液(1) 1 mL 置试管中, 加入 10% 硫酸 5 mL, 水浴加热 5 min, 放冷后加等量乙醚萃取, 分取乙醚层, 滴加 0.5% 氢氧化钠试剂, 水层显红色。

3.4 多糖类成分的鉴别: 取供试液(2) 1 mL, 加入 15% α -萘酚乙醇液 1 mL, 混匀, 沿试管壁缓缓加入浓硫酸, 呈蓝紫色环。

4 总黄酮的含量测定^[3]

4.1 标准曲线的制备: 精密称取 105 恒重的芦丁对照品 10.5 mg, 置 50 mL 容量瓶中, 加 30% 甲醇

溶解并稀至刻度, 得芦丁对照液(0.21 mg/mL), 精密量取 0.00, 0.50, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0 mL 对照液分别置 25 mL 容量瓶中, 加入 30% 乙醇 6 mL, 5% 亚硝酸钠 1 mL, 混匀, 放置 6 min, 加 10% 硝酸铝溶液 1 mL, 摇匀, 放置 6 min, 加氢氧化钠试液 10 mL, 分别以 30% 乙醇定容至刻度, 摇匀, 放置 15 min, 以 0.00 液为空白, 于 510 nm 处测定吸光度, 得回归方程 $Y = 0.0165 + 0.6123X$, $r = 0.9991$, 表明对照品在 0.105 ~ 1.26 mg/25 mL 范围内呈良好的线性关系。

4.2 样品中总黄酮含量测定: 精密称量本品 1 袋(约 6 g), 置索氏提取器中以甲醇回流提取 4 h, 至提取液 $AlCl_3$ 试剂呈阴性止, 回收溶剂, 残渣以 30% 甲醇溶解并转移至 25 mL 容量瓶中, 定容并摇匀。再精密量取样品液 5 mL 置 25 mL 容量瓶中, 以 5 mL 30% 甲醇做空白, 以下按“标准曲线”项下操作, 测定吸光度。结果见表 1。

表 1 样品中总黄酮测定结果

批号	含量(毫克/袋)						\bar{x}	RSD (%)
990106	14.16	13.82	14.26	14.20	14.36	14.16	1.44	
990115	14.04	13.76	13.89	13.56	13.69	13.79	1.34	
990123	13.76	13.88	14.05	14.09	13.84	13.94	1.20	

4.3 回收率实验: 于测得已知含量的样品中, 加入一定量芦丁对照液, 按“样品测定”项下操作, 测得吸收度, 计算回收率为 98.03%, $RSD = 0.81%$ ($n = 6$)。

5 初步稳定性实验

本品 3 批, 模拟出厂包装, 室温放置(18 ~ 30) 6 个月, 其间于 0, 1, 3, 6 个月按《中华人民共和国药典》关于茶剂规定项目进行检查, 其结果与 0 月比较, 性状、水分、鉴别、含量测定等项均符合要求。

参考文献

* Address: Zhou Jing, College of Pharmacy, Tianjin University of Medical Sciences, Tianjin

周晶, 女, 44 岁。1982 年毕业于沈阳药学院, 获理学学士学位。现任天津医科大学药学院副教授, 研究方向: 天然药物化学与中药制剂。主要工作: 主持三类中成药“新脑安口服液的研究”及“降低卷烟焦油量的中药成分研究”等工作, 发表论文 20 余篇。

- 1 贺圣文, 刘同美, 尤 敏. 中草药, 1997, 28(4): 221
 2 贺圣文, 刘同美, 赵宏仁. 中草药, 1997, 28(5): 285
 3 徐礼葵, 沙世炎, 曾纪琰, 等. 中草药有效成分分析法(下册). 北

京: 人民卫生出版社, 1984: 70

(1999-10-08 收稿)

薄层扫描法测定益肾抗衰片中黄芪甲苷的含量

河南省药品检验所(郑州 450003) 宋汉敏
 许昌市药品检验所 汪建生

益肾抗衰片系由人参、黄芪、淫羊藿、山楂等 8 味中药制成的片剂, 具有补气养血、益肾填精之功效, 适用于气血虚损诸症。其中黄芪所含的黄芪甲苷为其主要活性成分。我们应用薄层色谱扫描法测定益肾抗衰片中黄芪甲苷的含量。

1 仪器与试药

CAMAG 型薄层色谱扫描仪, 定量毛细管, CAMAG 自动薄层铺板仪, 硅胶 G (青岛海洋化工厂), 硅胶 G 薄层板(厚 300 μm), 黄芪甲苷对照品与人参皂苷对照品(中国药品生物制品鉴定所), 益肾抗衰片(河南省信阳大别山制药厂), 试剂均为分析纯。

2 实验条件的选择

2.1 展开剂的选择: 实验了不同展开条件进行薄层色谱分离, 结果以氯仿-醋酸乙酸-甲醇-水(15 40 22 10) 10 以下放置过夜的下层溶液为展开剂, 展开 10 cm, 再以氯仿-甲醇-水(65 35 10) 10 以下放置过夜的下层溶液展开 15 cm, 薄层中黄芪甲苷与人参皂苷 R_{b1} 、 R_e 和 R_{g1} 完全分离, R_f 值差值 > 0.1 , 重现性好。

2.2 测定波长的选择: 取供试液、对照液及阴性对照液各 2 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述选定的色谱条件展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘约数分钟, 至斑点显色清晰, 取出, 在薄层板上覆盖一同样大小的玻璃板, 周围用胶布密封。在 400 ~ 800 nm 波长范围内进行光谱扫描, 结果供试品溶液与对照品溶液在 510 nm 波长均有最大吸收, 阴性对照溶液在此波长处则无吸收。

2.3 稳定性试验: 取供试液, 按上述条件薄层分离, 显色, 并分别于 0, 0.5, 1, 2, 3 h 测定斑点吸光度的积分值, 结果 3 h 内稳定, $RSD = 2.0\%$ 。

2.4 线性关系试验: 精密梯度吸取对照液(黄芪甲苷 0.2 mg/mL) 点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法操作, 测定斑点吸光度积分值, 绘制标准曲线, 回归方

程为 $Y = 19998.6X + 278.5$, $r = 0.9995$ ($n = 3$)。结果表明, 黄芪甲苷点样量在 0.4 ~ 2 μg 呈良好的线性关系, 不经过原点, 采用外标二点法进行薄层扫描测定。

2.5 精密度试验: 供试液在同一硅胶 G 薄层板上点 6 个等量的点, 依法展开, 显色, 扫描, 测定斑点吸光度积分值, $RSD = 1.1\%$ 。

2.6 重现性试验: 同一样品, 照测定方法项下测定 6 次, 黄芪甲含量为 0.221 毫克/片, $RSD = 2.6\%$ 。

2.7 加样回收试验: 6 次测定的平均回收率为 99.98%, RSD 为 2.2%。

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备: 精密称取 105 干燥至恒重的黄芪甲苷对照品 10 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇适量使溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 即得(黄芪甲苷 0.2 mg/mL)。

3.2 供试品溶液的制备: 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于黄芪甲苷 2 mg), 置索氏提取器中, 加氯仿加热回流 1 h, 挥干溶剂, 再加甲醇加热回流 2 h, 提取液回收甲醇至干, 残渣加水 30 mL 使溶解, 用水饱和的正丁醇提取 3 次, 每次 20 mL, 合并正丁醇溶液, 用氨试液洗涤 2 次, 每次 20 mL, 取正丁醇溶液置水浴上蒸干, 残渣加甲醇适量使溶解, 并定容于 10 mL 量瓶中, 摇匀, 即得。

3.3 测定法: 分别吸取对照品溶液 2, 4 μL , 供试品溶液 4 μL , 交叉点于同一硅胶 G 薄层板上, 以上述薄层条件展开、显色, 在波长 510 nm 测定供试品吸光度积分值与对照品吸光度积分值, 计算, 即得。3 批样品的测定结果(毫克/片)分别为 0.218 (980421), 0.221 (980422), 0.226 (980423)。

4 讨论

本文建立了黄芪甲苷与人参皂苷 R_{b1} 、 R_e 和 R_{g1} 的色谱分离条件, 得到完全分离, 其 R_f 差值均大于 0.1。该法对于处方含有人参与黄芪药味的中