

愈风宁心滴丸的质量标准研究

施存元

(浙江尖峰药业有限公司, 浙江 金华 321000)

摘要: 目的 研究愈风宁心滴丸的质量标准。方法 采用 TLC对葛根组分进行色谱鉴别, HPLC测定葛根素的含量。结果 葛根素在 0.274~1.370 μg 范围内有良好的线性关系, 回收率为 99.14%, RSD 为 1.94%。结论 本质质量标准可有效地控制愈风宁心滴丸的质量。

关键词: 愈风宁心滴丸; 葛根素; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

中国分类号: R927.11

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)10-0894-02

Studies on quality standards for YUFENG NINGXIN DIWAN

SHI Cun-yuan

(Zhejiang JIANFENG Pharmaceutical CO., Ltd., Jinhua Zhejiang 321000, China)

Key words YUFENG NINGXIN DIWAN^{*}; puerarin; TLC; HPLC

^{*} YUFENG NINGXIN DIWAN is a preparation of Chinese herbs with the function of relieving spasm and pain, increasing the cerebral and coronary blood flow. It is used in the treatment of cardiocerebral diseases.

愈风宁心滴丸为愈风宁心片的剂改品种, 该药具有明显的解痉止痛, 增强脑及冠脉血流量。临床用于阴虚阳亢所致的头晕头痛、颈项疼痛、气滞血瘀所致的胸闷心痛、心悸及头痛、急性耳聋, 适用于治疗高血压头晕、头痛、颈项疼痛、冠心病、心绞痛、神经性头痛、早期突发性耳聋等症。为控制产品质量, 采用 TLC法对葛根药材进行鉴别, 用 HPLC测定葛根素的含量, 从而使该品种的质量标准达到了一个较为完善的水平。

1 仪器与试药

1.1 仪器: 高效液相色谱仪 Shimadzu-10A(日本); 数据处理机 Shimadzu C-RTA

1.2 试剂: 甲醇和乙醇 (AR)

1.3 对照品: 葛根素购自中国药品生物制品检定所, 批号: 0752-9504, 纯度 98%。

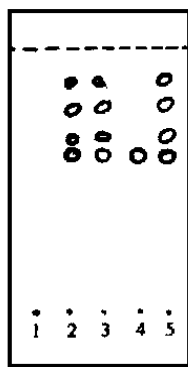
1.4 样品: 愈风宁心滴丸 (自制, 批号 961023, 970112, 970322, 970406, 981119, 981201)

1.5 药材: 野葛购自河北安国药材站, 为豆科植物野葛 *Pueraria lobata* (Willd.) Ohwi 的干燥根

2 方法和结果

2.1 薄层鉴别试验: 取本品 3丸, 加水 5 mL溶化后, 通过聚酰胺柱 (内径 0.9 cm, 长 10 cm), 用水 50 mL缓缓洗脱, 弃去洗脱液, 继用 40%乙醇 30 mL

洗脱, 收集洗脱液, 于水浴上蒸干, 残渣加甲醇 1 mL使溶解, 作为供试品溶液。另取葛根素对照品, 加甲醇制成每 1 mL中含 1 mg的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法 (中国药典 1995年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述两种溶液各 2 μL , 分别点于同一硅胶



1-缺葛根阴性对照

2, 3, 5-愈风宁心滴丸 4-葛根素对照品

图 1 愈风宁心滴丸薄层色谱图

G薄层板上, 以氯仿-甲醇-水 (7: 2.5: 0.25) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯 (365 nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点, 见图 1

2.2 含量测定: 愈风宁心滴丸系由野葛经加工制成, 鉴于葛根素是其主要有效成分, 因此, 选择测定葛根素含量控制本品的内在质量。本品葛根素含量的测定依据《中华人民共和国药典》1995年版一部中愈风宁心片项下之规定进行, 阴性空白对照试验表明, 进样量同为 10 μL 时, 基质溶液仅略有吸收, 吸收量小于 5% 样品吸收

量, 且溶于供试样品液中的基质不影响葛根素出峰, 可见此测定方法仍具专属性

2.2.1 紫外吸收波长的确定: 葛根素对照品溶液与愈风宁心滴丸溶液在 250 nm处均有最大吸收,故本品含量测定项选择 250 nm作为紫外检测器的检测波长。

2.2.2 色谱分析条件: 色谱柱 C_{18} (4.6 mm×250 mm); 流动相甲醇-水 (25: 75); 柱温 25℃; 检测波长 250 nm; 流速 1 mL/min; 分离度大于 1.5; 层析柱的理论塔板数按葛根素峰计算,应不低于 2 000

2.2.3 供试品溶液的制备: 取本品 20丸,精密称定,置 100 mL量瓶中,加 30%乙醇适量,待溶化后,加 30%乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 2 mL,置 50 mL量瓶中,加 30%乙醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.4 对照品溶液的制备: 精密称取葛根素对照品适量,加 30%乙醇溶解并制成每 1 mL中含葛根素 60 μ g的溶液,即得。

2.2.5 线性关系考察: 依次精密吸取葛根素对照品溶液 (0.137 2 mg/mL) 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 μ L, 分别注入高效液相色谱仪,测定峰面积,以葛根素进样量 X (μ g)对峰面积绘制标准曲线,结果表明,葛根素的量在 0.274~ 1.370 μ g范围内呈良好线性关系,其回归方程:

$$Y = 8\,217.589 + 1\,715\,205.686X, r = 0.999\,9$$

2.2.6 精密度考察: 精密吸取供试品溶液,连续测定 6次,求得 RSD 为 0.350%。

2.2.7 重复性考察: 精密称取同一批号 (970322)愈风宁心滴丸 6份,按上法测定,结果 RSD 为 0.82%。

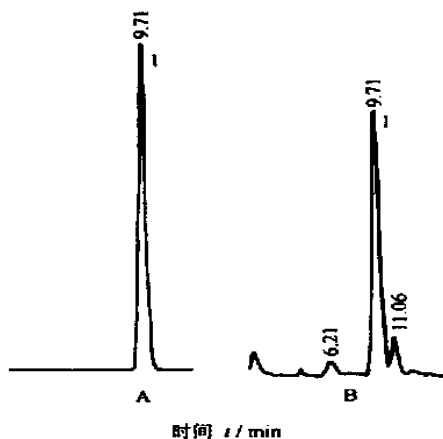
2.2.8 稳定性试验: 精密吸取同一供试品溶液 10 μ L,每间隔 60 min进样测定,共进样 5次,再过 24 h测定一次,结果表明供试品溶液在 24 h内基本稳定, RSD = 1.28% (n = 6)。

2.2.9 回收率试验: 采用加样回收法,精密称取已知含量的愈风宁心滴丸,加入葛根素对照品,按供试品溶液制备法制备,依上法测定,结果平均回收率为 99.14%, RSD = 1.94% (n = 5)。

2.2.10 样品测定: 取 6批愈风宁心滴丸各 20丸,按供试品溶液制备法制备,精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L,分别注入液相色谱仪,测定峰面积,计算含量即得。本品每丸含葛根素 ($C_{21}H_{20}O_9$) 不得少于 5.4 mg 所测葛根素含量数据如表 1

表 1 愈风宁心滴丸中葛根素的含量测定 (n = 3)

批号	961023	970112	970322	970406	981119	981201
$\bar{x}$ (mg/丸)	6.41	6.44	6.12	6.40	6.14	6.31
RSD (%)	0.90	0.56	0.56	0.87	1.15	0.49



A 葛根素对照品 B 愈风宁心滴丸 1 葛根素

图 2 样品对照品 HPLC图

3 小结与讨论 通过上述研究,建立了愈风宁心滴丸中葛根素的定性及定量测定方法,可用于建立愈风宁心滴丸的成品质量标准,还用于愈风宁心滴丸的制备工艺筛选、稳定性试验以及对原料药材、半成品的质量控制,为全面控制产品质量提供了方法。

怀山药的加工工艺研究

赵玉生,王云霞

(郑州轻工业学院 食品工程系,河南 郑州 450002)

中国分类号: TQ461

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)10-0895-03

山药“益肾气,健脾胃,止泄痢,化痰涎,润皮毛”

(本草纲目),自古以来,既为食又为药 山药属薯蓣

收稿日期: 2001-01-17

基金项目: 河南省重点科技攻关项目 (001150413)

作者简介: 赵玉生,男 (1950-),河北省赵县人。1985~ 1988年在丹麦技术大学研修食品工程。主持完成并通过省级鉴定河南省重点科技攻关项目多项。研究方向: 食品加工保藏技术。Tel 0371-3810757 13937119862