

2.2.2 制剂供试品溶液的制备:取芩暴红胶囊内容物 5.0 g,按药材供试品溶液的制备方法,将残渣用甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,得制剂供试品溶液。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取杜鹃素对照品适量,加甲醇溶解,制成每 1 mL 含有 0.2 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.4 标准曲线的制备:精密量取杜鹃素对照品溶液 1, 2, 3, 6, 7, 9 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度。按上述色谱条件进行分析,每次进样 20 μ L,以峰面积 (Y) 为纵坐标,样品浓度 (X) 为横坐标,绘制标准曲线,得线性回归方程为 $Y = 3.55 \times 10^7 X + 1.4 \times 10^5$, $r = 0.9991$, 杜鹃素在 0.1~2.0 μ g 范围内呈现良好线性关系。

2.5 精密度实验:按上述色谱条件,用上述药材供试品溶液进样 5 次,每次 20 μ L,分别测得各次的峰面积, RSD 为 0.77%。

2.6 回收率测定:精密称取已知杜鹃素含量的满山红叶 5 份,分别准确加入杜鹃素 0.10 mg,依上述色谱条件测定,计算加样回收率,测得杜鹃素平均回收率为 96.6%, $RSD = 1.0\%$ ($n = 5$)。

2.7 样品含量测定:精密吸取药材供试品溶液和制剂供试品溶液,分别注入色谱仪,每次 20 μ L,记录峰面积,根据峰面积值,计算出药材供试品溶液和制剂供试品溶液中杜鹃素的含量。见表 1。

表 1 满山红叶及芩暴红胶囊中杜鹃素的含量

品名	含量
满山红叶	0.0547 mg/g
芩暴红胶囊 (990303)	0.0014 mg/粒
芩暴红胶囊 (001002)	0.0004 mg/粒

3 讨论

在实验中,曾选用乙醇超声提取和乙醇回流提取处理样品,但杂质干扰大,特征峰不明显。而用乙醇回流提取后,提取液挥干无醇味,残渣用乙醚溶解,其余操作同上实验,所测得的峰面积值低于实验中所用方法的测得值。由于乙醚的沸点低,不适于超声处理。故采取乙醚回流提取法。

本法测定满山红叶和芩暴红胶囊中杜鹃素的含量,有效成分峰 ($t_R = 8 \sim 9$ min) 与其相邻峰分离较好,药材及其制剂中的其它成分对测定基本不形成干扰。本方法简便、准确、重现性好,可作为该制剂中杜鹃素含量测定的方法。

前列腺炎冲剂质量标准的研究

王艳萍, 赵文萃, 孟庆彪, 谢华通

(中国人民解放军第 208 医院, 吉林 长春 130062)

摘要:目的 建立前列腺炎冲剂的质量标准。方法 采用 TLC 法对方中黄柏、赤芍进行定性鉴别;用 HPLC 法测定盐酸小檗碱的含量。结果 在 TLC 法中均能检出黄柏和赤芍。盐酸小檗碱在 0.06~0.3 μ g 范围内有良好的线性关系。平均回收率为 100.2%, RSD 为 2.0%。结论 所建立的方法简单、准确、可靠,可作为控制该制剂的质量标准。

关键词: 前列腺炎冲剂;盐酸小檗碱;芍药苷;TLC;HPLC

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)01-0129-03

Studies on quality standard of PROSTATITIS GRANULE

WANG Yan-ping, ZHAO Wen-cui, MENG Qing-biao, XIE Hua-tong

(208 Hospital of Chinese People's Liberation Army, Changchun, Jilin 130062, China)

Key words: PROSTATITIS GRANULE; berberine hydrochloride; paeoniflorin; TLC; HPLC

前列腺炎冲剂是由王不留行、黄柏、赤芍、薏米、茯苓、小茴香、赤小豆 7 味中药制成的复方制剂,是在前列腺炎丸的基础上进行剂型改进制得,具有祛瘀活血、清热利水之功效。我院临床观察治疗慢性前

列腺炎患者 338 例,其中显效率 64.8%,有效率 31.3%,总有效率为 96.1%。为了有效地控制本品的质量,采用 HPLC 法对方中黄柏中的盐酸小檗碱进行含量测定,并对黄柏、赤芍进行了 TLC 鉴别,结果

满意。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-6A 高效液相色谱仪,包括 SPD-6A 紫外检测器、C-R4A 数据处理机;美国惠普 HP-8452 型分光光度计。硅胶 G(青岛海洋化工厂);盐酸小檗碱、芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所);试剂均为 AR 级;前列腺炎冲剂(自制)。

2 定性鉴别

2.1 黄柏的鉴别

2.1.1 供试品液的制备:取前列腺炎冲剂 4 g,加甲醇 20 mL,置水浴上加热回流 15 min,滤过,滤液浓缩至 5 mL 作为供试液备用。取黄柏 0.1 g,加甲醇 5 mL,置水浴上加热回流 15 min,滤过,滤液补至 5 mL,作为对照药材液备用。精取盐酸小檗碱对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含盐酸小檗碱 0.5 mg 的对照液。取除去黄柏的阴性样品 4 g,同供试溶液操作,得到阴性对照液。

2.1.2 薄层色谱:吸取上述 4 种供试液各 50 μL,分别点于同一含 CMC-Na 的硅胶 G 板上,以苯 醋酸乙酯 甲醇 异丙醇 浓氨液(6:3:15:15:0.5)为展开剂,置氨蒸气饱和的层析缸内展开,取出,晾干,置紫外光灯下(365 nm)检视。样品色谱中,分别在对照药材和对照品色谱相应的位置上显相同的黄色荧光斑点,而阴性对照液无此斑点。见图 1-A

2.2 赤芍的鉴别

2.2.1 供试液的制备:取前列腺炎冲剂 10 g,加 75% 乙醇 40 mL,振摇 5 min,滤过,滤液蒸干,残渣加无水乙醇 2 mL 使溶解,作为供试液备用。取芍药苷对照品适量,加无水乙醇制成每 1 mL 含 2 mg 芍药苷的对照溶液备用。取除去赤芍的阴性对照品 10 g,同供试液操作,得到阴性对照液。

2.2.2 薄层色谱:吸取上述 4 种供试液各 50 μL,分别点于同一含 CMC-Na 的硅胶 G 薄板上,以氯仿 醋酸乙酯 甲醇 甲酸(40:10:20:0.2)为展开剂,展开,取出后晾干,喷以 5% 香草醛 硫酸溶液,热风吹至斑点显色清晰。样品色谱中,分别在对照药材和对照品色谱相应的位置上显相同的蓝色斑点,阴性对照液无此斑点。见图 1-B

3 前列腺炎冲剂中盐酸小檗碱的含量测定^[1]

3.1 色谱条件:Shim-pack CLC-C8(5 μm, 4.6 mm×150 mm);流动相:醋酸乙酯 甲酸 无水乙醇(15:3:2);检测波长:354 nm;柱温:室温;流速:1.0 mL/min;灵敏度:0.01 AUFS

3.2 空白试验:按本品处方加入除黄柏以外的各味

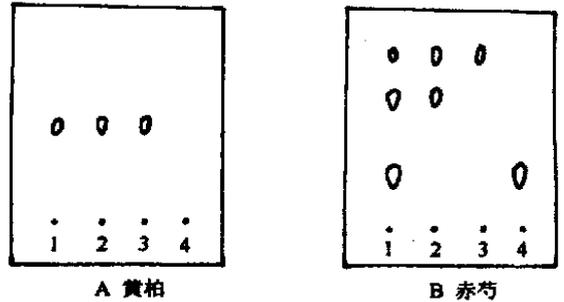


图 1 前列腺炎冲剂的 TLC 图谱
A 黄柏 B 赤芍
1 样品溶液 2 对照药材液(A 黄柏, B 芍药苷)
3 对照品液(A 盐酸小檗碱, B 芍药苷) 4 阴性对照液

药材,依法制成空白对照液。按前述色谱条件进样 3 次,进行测定。结果表明,空白对照品未检出盐酸小檗碱峰,且不干扰盐酸小檗碱的测定。见图 2

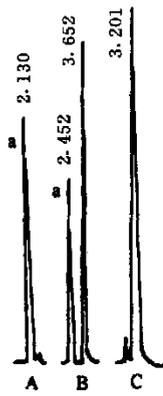


图 2 前列腺炎冲剂中盐酸小檗碱 HPLC 图谱
A 盐酸小檗碱对照品 B 样品 C 空白对照品
a 盐酸小檗碱

3.3 标准曲线绘制:精取盐酸小檗碱对照品 6 mg 置 5 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精取上述 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mL 分别置于 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。分别吸取上述稀释液各 5 μL 按前述色谱条件测定峰面积,以峰面积 Y 对进样量 X(μg)进行回归处理。回归方程 $Y = 1162.9x + 36780.0x$, $r = 0.9999$ 。结果表明盐酸小檗碱在 0.06~0.3 μg 范围内呈良好线性关系。

3.4 精密度试验:精取上述盐酸小檗碱对照品液 0.5 mL 于 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。按上述色谱条件,重复进样 5 次,求得日内 RSD 为 1.75%,日间 RSD 为 0.63%。

3.5 重复性试验:取同一批号样品溶液 5 份,按样品含量测定项下的方法操作测定。结果 RSD 为 1.51%。

3.6 稳定性试验:取同一批号样品溶液,间隔 24 h 依样品溶液项目下方法操作测定,结果在 48 h 内稳定。RSD 为 0.3%。

3.7 加样回收率试验:精密称取已知含量的样品共 5 份,分别加入盐酸小檗碱对照品适量。依样品溶液项下方法操作测定,平均回收率为 100.2%,RSD 为 2.0% (n=5)。

3.8 样品测定: 取样品适量 (约相当于药材 2.5 g) 于锥形瓶中, 加甲醇 50 mL, 水浴回流提取 40 min, 滤过, 取续滤液 20 mL, 离心 (3 000 r/min) 5 min, 上清液用 0.45 μm 滤膜滤过。精密吸取 10 mL 作为样品溶液。取样品液 5 μL 进样, 按上述色谱条件测定, 3 批样品测定结果见表 1

表 1 3批样品中小檗碱含量 (n= 3)

批号	小檗碱含量 (mg /g)	RSD (%)
990506	0.385	1.51
990508	0.375	1.50
990510	0.385	1.51

4 讨论

4.1 前列腺炎冲剂中黄柏与赤芍的定性鉴别, 采用 TLC 法, 并分别与各自的阴性对照液进行了对照试验, 结果没有干扰, 斑点明显, 专属性好, 收到良好效果。

4.2 复方制剂中盐酸小檗碱的含量测定, 据文献^[2]报道, 有酸性染料比色法、HPLC 法等。实验结果显示 HPLC 法简便, 结果准确, 无干扰, 为制定前列腺炎冲剂的质量标准提供了灵敏、快速的方法

4.3 测定的盐酸小檗碱含量转移率较低, 可能是工艺中水提取方法造成的, 若用有机溶媒提取, 盐酸小檗碱含量可能提高, 但这将增加制剂成本, 另外, 从中医药理论和临床实践考虑, 古方多采用汤剂, 盐酸小檗碱含量不会太高。故对盐酸小檗碱提取方法问题, 尚须进一步探讨。

参考文献:

- [1] 陈发奎. 常用中草药有效成份含量测定 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997.
- [2] 孔广英, 于立佐, 于海鹏, 等. 酸性染料比色法测定牛黄益金片中总生物碱的含量 [J]. 中成药, 1992, 14(1): 12

HPLC法测定心达康胶囊中槲皮素和异鼠李素的含量

翁水旺¹, 赖京华²

(1. 福建省药品检验所, 福建 福州 350001; 2. 福建医科大学, 福建 福州 350004)

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)02-0131-02

心达康胶囊具有化瘀通脉的功效, 主要用于心血瘀阻型冠心病。原标准采用比色法, 只能测定其中总黄酮的含量。本实验采用 HPLC 法测定心达康胶囊中槲皮素、异鼠李素两个组分, 效果好, 准确可靠。

1 仪器和试剂

高效液相色谱仪 (美国 Waters 公司): 510 泵, 717 自动进样器, 481 可调波长紫外检测器; 色谱工作站 (中国科学院大连化学物理研究所); UV-260 型分光光度计 (日本岛津)

槲皮素对照品 (中国药品生物制品检定所), 异鼠李素对照品 (四川省药品检验所), 心达康胶囊 (批号: 010101, 010102, 010302, 四川美大康药业有限公司), 甲醇为色谱纯, 其余试剂均为分析纯

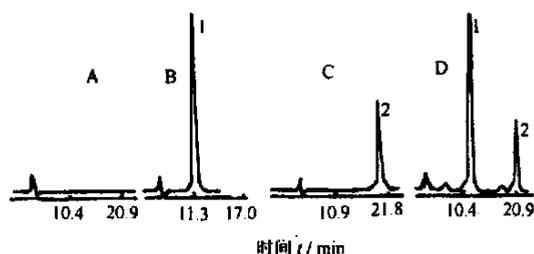
2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Diamonsil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.02 mol/L 磷酸溶液 (56:44); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 368 nm; 进样量: 20 μL

2.2 检测波长的确定: 用甲醇配制槲皮素

5 μg/mL 异鼠李素 4 μg/mL 的对照品溶液, 另取心达康胶囊的内容物用甲醇配制约 0.23 mg/mL 的溶液, 照分光光度法在 300~430 nm 波长范围内扫描, 绘制紫外吸收光谱图, 结果在 368 nm 波长处有最大吸收, 故确定 368 nm 为测定波长。

2.3 分析方法的选择: 精密称取槲皮素和异鼠李素对照品适量, 用甲醇配成约 35 和 25 μg/mL 的溶液, 另取心达康胶囊内容物配成约 2.5 mg/mL 的溶液, 在选定色谱条件下进样, 记录色谱图 (图 1)。



1 槲皮素 2 异鼠李素
A 空白辅料 B 槲皮素对照品 C 异鼠李素对照品 D 心达康胶囊

图 1 HPLC 图