

必要在质量标准中增加对连翘苷含量的控制

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol1. 2000.
 [2] Zhang W, Zhang H M, Guo M L. Determination of forsythin in *Fructus Forsythiae* and Ganmaotuire Granules by RP-HPLC

- [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1999, 21(9): 452-453.
 [3] Zhang G G, Xu S X, Wang X Y. Quantitative determination of phyllinin in the Antiviral Oral Liquid by HPLC [J]. *J Shenyang Pharm Univ* (沈阳药科大学学报), 1998, 15(2): 90-93.

HPLC法测定升血灵片中大黄素的含量

王曙东, 费建红, 滕英博, 谢虞, 陈安兰*
 (南京军区南京总医院, 江苏 南京 210002)

升血灵片是我院制剂科与血液科共同研制的用于升血小板的中药制剂。本方由牛西西、黄芪、黄精、生地、熟地、肿节风等 10 味中药组成, 具有益气生血、补肾摄血, 用于血小板减少及其引起的紫癜、皮肤、黏膜、牙龈出血等症。方中牛西西具有活血止血之功效, 主治血小板减少症、内出血、跌打损伤等症。临床有较好的疗效。大黄素为牛西西中活性成分。为更好地控制药品质量, 本实验采用 HPLC 法对大黄素进行了含量测定。

1 仪器与试剂

1525-2996 高效液相色谱分析仪 (美国 Waters 公司), 大黄素 (中国药品生物物品检定所, 批号: 0756-200110), 所用试剂除甲醇为色谱纯外均为分析纯, 升血灵片 (本院制剂科提供, 批号: 001212 010702 020309)

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱 Lichrospher C₁₈ (150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.1% 磷酸溶液 (85:15); 检测波长: 439 nm; 体积流量: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μL。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取大黄素对照品适量, 加甲醇溶解并稀释成 0.5 mg/mL 溶液, 备用。

2.3 供试品溶液的制备: 取供试品 20 片, 去糖衣, 烘干, 研细, 精密称取约 4 g, 加乙醇 100 mL, 加热回流 1 h, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 40 mL, 氯仿 40 mL, 盐酸 (1:1) 6 mL, 加热回流 1 h, 冷却, 分取氯仿液, 水溶液再用氯仿萃取 3 次 (20 15 15 mL), 合并氯仿液, 蒸干, 残渣加甲醇至 1 mL, 摇匀, 备用。

2.4 阴性对照溶液的制备: 按处方称取除牛西西以外的药材相应量, 加水煎煮 2 次, 每次 100 mL, 煎煮 1 h, 合并煎煮液, 浓缩至 30 mL, 加乙醇至 100 mL, 放

置过夜, 滤过, 滤液挥至约 4 mL, 余同供试品溶液的制备项下“加水 40 mL, 氯仿 40 mL……”操作, 即得。

2.5 干扰试验: 取供试品溶液、大黄素对照品溶液和缺牛西西的阴性对照溶液各 10 μL 分别进样, 记录见图 1 可见, 升血灵片中其他成分对大黄素的含量测定无干扰。

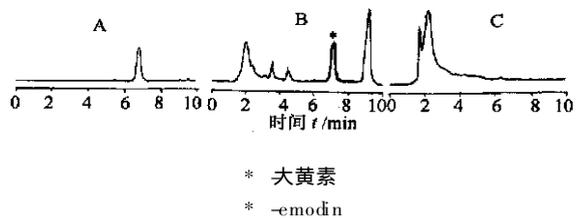


图 1 大黄素对照品 (A) 升血灵片 (B) 和缺牛西西阴性对照 (C) 的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC of emodin (A), Shengxueling Tablet (B), and negative sample (C)

2.6 线性关系考察: 精密量取大黄素对照品溶液适量, 加甲醇制成 0.5 0.4 0.2 0.1 0.05 mg/mL 的系列溶液, 在选定的色谱条件下, 取 10 μL 进样, 记录以峰面积 (A) 对质量浓度 (C) 进行线性回归, 得线性方程: $A = 2.43 \times 10^7 + 6.06 \times 10^4 C$, $r = 0.9997$ 可见大黄素在 0.5~0.05 mg/mL 与峰面积线性关系良好。

2.7 稳定性试验: 取供试品溶液, 室温下连续 3 d 测定峰面积, 结果大黄素峰面积 RSD 为 1.24% ($n=3$)。

2.8 精密度试验: 取同一供试品液进行 6 次进样, 测定峰面积, 结果大黄素峰面积 RSD 为 0.87% ($n=6$)。

2.9 回收率试验: 精密称取已知大黄素含量 (含大黄素约 0.09 mg/g) 的样品 2 g, 分别加 0.108 mg/mL 大黄素对照品溶液 1.4 1.6 1.8 2 mL, 按供试

品溶液制备项下方法操作,计算回收率,结果平均回收率为 96.1%,RSD为 0.5% (n= 4)

2 10 样品含量的测定:取 3个批号的升血灵片,按供试品溶液制备方法,依法操作,在选定的条件下,进样 10 μ L,测定结果见表 1

3 讨论

3.1 经紫外吸收图谱扫描,大黄素在 288 439 nm 处有吸收,但在实验中发现 288 nm 处杂质对大黄

素干扰较大,故选用 439 nm 波长

表 1 升血灵片中大黄素的含量测定结果 (n= 3)

Table 1 Emodin in Shengxueling Tablet (n= 3)		
批号	大黄素 /(μ g \cdot 片 $^{-1}$)	RSD %
001212	26.28	0.25
010702	27.15	0.17
020309	27.63	0.12

3.2 通过 HPLC定量大黄素能较好地控制质量,可供升血灵片制定质量标准参考

HPLC法测定妇科止带片中盐酸小檗碱的含量

任孝德¹,屠万倩¹,翟乙娟¹,侯文峰^{2*}

(1. 河南省中医药研究院,河南 郑州 450004; 2. 郑州市电信医院,河南 郑州 450000)

妇科止带片是《中华人民共和国卫生部药品标准》(WS-B-0077-89)收载的中成药,由黄柏、椿皮、五味子、龟板、茯苓、阿胶、山药 7味药材加工制成,具有清热燥湿、收敛止带的功效,用于慢性宫颈炎、子宫内膜炎、阴道黏膜炎等引起的湿热型赤白带症的治疗。原标准中未收载含量测定项。本实验采用 HPLC法对该制剂中的盐酸小檗碱进行了含量测定,为更好地控制本品的内在质量提供了依据

1 仪器与试剂

岛津 LC-10Avp 系列高效液相色谱仪,岛津 SPD-M10Avp 紫外检测器,CLASS-LC10Avp 色谱工作站。盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号:0713-9605);妇科止带片(河南省奥林特制药厂,批号:020311 020318 020326);甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: Hypersil ODS C₁₈柱 (250

mm \times 4.6 mm, 5 μ m);流动相: 甲醇-2% 磷酸二氢钠 (30: 70,磷酸调 pH 3);体积流量: 1.0 mL/min;柱温: 40 $^{\circ}$ C;检测波长: 346 nm 理论板数按盐酸小檗碱计算应不低于 3 000

2.2 供试品溶液制备:取本品 10片,除去包衣,精密称定,粉碎成细粉,取 0.5 g,精密称定,置具塞三角瓶中,精密加入甲醇 25 mL,密塞,称定质量,超声处理 30 min,取出,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取盐酸小檗碱对照品 6.12 mg,置 10 mL量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,摇匀。精密量取 1 mL,置 10 mL量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,摇匀,制成 0.0612 mg/mL 的溶液,即得。

2.4 空白试验:取缺黄柏的阴性对照,按供试品溶液制备方法制备空白对照溶液,进样,测定,结果空白对照溶液色谱中无盐酸小檗碱相对应的色谱峰,见图 1

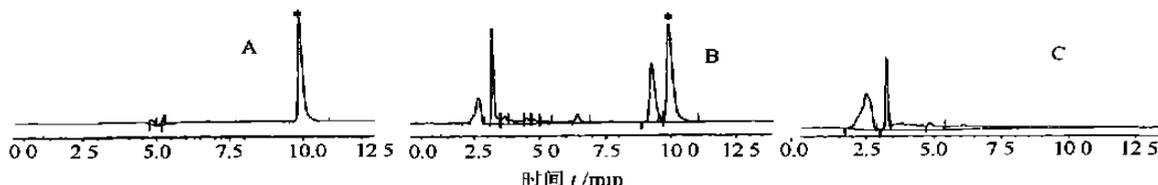


图 1 盐酸小檗碱对照品 (A) 妇科止带片 (B) 和阴性对照 (C) 的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC of berberine hydrochloride (A), Fukezhidai Tablet (B), and negative sample (C)

2.5 线性范围的考察:分别精密吸取盐酸小檗碱对照品溶液 2 4 6 8 10 μ L,按上述色谱条件进样测定。以盐酸小檗碱的量 (X) 为横坐标,峰面积积分值

(A) 为纵坐标,作线性回归,得回归方程 $A = 3.6 \times 10^6 X - 202.53$, $r = 0.9991$,结果表明盐酸小檗碱在 0.1224~0.6120 μ g 与峰面积线性关系良好。

* 收稿日期: 2003-11-13