

氧化苦参碱 1.630 mg/g 复方石韦片粉末共 6 份,每份约 0.3 g,分别精密加入苦参碱对照品 2.40 mg、氧化苦参碱对照品 0.50 mg,依供试品溶液的制备方法处理,按上述色谱条件进行 HPLC 分析,测定,计算回收率。结果苦参碱的平均回收率为 99.87%,RSD 为 1.15%;氧化苦参碱的平均回收率为 100.67%,RSD 为 0.98%。

2.8 样品测定:取不同批号的复方石韦片制备供试品溶液,准确吸取对照品溶液 4、8 μ L,供试品溶液 5 μ L,注入液相色谱仪测定,结果见表 1。

3 讨论

3.1 曾采用稀醇浸提、氨水碱化、氯仿萃取处理样品,并与本试验样品处理方法比较,测定方法一致,但处理较繁琐。本实验采用氧化铝柱色谱法进行净

表 1 复方石韦片中苦参碱和氧化苦参碱的测定 (n=3)

Table 1 Content of matrine and oxymatrine in Compound Shiwei Tablet (n=3)

批号	苦参碱/(mg·g ⁻¹)	氧化苦参碱/(mg·g ⁻¹)
021001	7.323	1.444
030102	7.876	1.445
030308	6.810	1.295

化样品,操作简便,纯化效果良好。

3.2 流动相曾采用甲醇、四氢呋喃与磷酸溶液的不同配比的流动相系统分离样品,效果均不理想,后改为乙腈-0.025 mol/L 磷酸溶液(4:96)的流动相系统,苦参碱、氧化苦参碱均能达到与杂质良好分离,乙腈的比例及流动相的 pH 值变化均能明显改变样品分离情况,适当增加乙腈比例,降低流动相 pH 值能改善峰形,有利于准确定量。

HPLC 法测定冠心苏合丸和冠心苏合胶囊中桂皮酸的含量

王 睿,陈晓辉,于治国,毕开顺
(沈阳药科大学药学院,辽宁 沈阳 110016)

冠心苏合丸和冠心苏合胶囊是由宋代《和济局方》苏合香丸简化而成,由苏合香、冰片、乳香、檀香、青木香 5 味药材组成。其中冠心苏合丸收载于《中华人民共和国药典》2000 年版一部。具有理气宽胸、散瘀化浊、通窍止痛的功效,临床上主要用于心绞痛、胸闷等症。主要有效成分为桂皮酸和冰片。目前,关于药材及其制剂中桂皮酸的含量测定已有一些报道^[1,2],但对于冠心苏合丸和冠心苏合胶囊中桂皮酸的含量测定未见报道。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10AD 高效液相色谱仪,SPD-10A 紫外检测器,CKChrom™ 色谱工作站;桂皮酸对照品(中国药品生物制品检定所),冠心苏合丸(北京同仁堂科技发展股份有限公司制药厂),冠心苏合胶囊(天津同仁堂制药厂);甲醇、乙腈均为色谱纯,冰醋酸为分析纯,水为二次重蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:Kromasil C₁₈(250 mm×4.6 mm,5 μ m)(大连中汇达科学仪器公司);流动相:甲醇-乙腈-水-冰醋酸(10:22:55:0.5);检测波长:270 nm;体积流量:0.8 mL/min;柱温:室温;

进样量:20 μ L。色谱图见图 1。

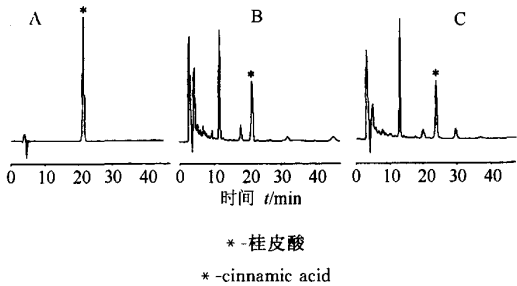


图 1 桂皮酸对照品(A)、冠心苏合丸(B)和冠心苏合胶囊(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of cinnamic acid (A), Guanxin Suhe Pill (B), and Guanxin Suhe Capsule (C)

2.2 对照品溶液的制备:取桂皮酸对照品约 10 mg,精密称定,置于 25 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 1 mL,置于 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

2.3.1 冠心苏合丸供试品溶液的制备:取冠心苏合丸适量,精密称定,置研钵中,精密加入硅藻土适量(约为样品质量的 1~2 倍,以能均匀分散为度),研

匀。取该粉末约 0.6 g,精密称定,置锥形瓶中,加入甲醇 15 mL,超声提取 20 min,滤过于 25 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过(0.45 μ m),作为冠心苏合丸供试品溶液。

2.3.2 冠心苏合胶囊供试品溶液的制备:取本胶囊内容物约 0.2 g,精密称定,置锥形瓶中,加入甲醇 15 mL,超声提取 20 min,滤过于 25 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过(0.45 μ m),作为冠心苏合胶囊供试品溶液。

2.4 线性关系考察:精密量取 2.2 项下的桂皮酸对照品溶液 0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL,置 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。取上述溶液 20 μ L 进样,在上述色谱条件下进行 HPLC 分析。以峰面积(Y)对质量浓度(X)绘制标准曲线。结果表明:桂皮酸在 0.4~4.0 μ g/mL 与峰面积线性关系良好,回归方程为 $Y=93\ 635\ X-2.927$, $r=0.999\ 9$ 。

2.5 精密密度试验:精密吸取同一对照品溶液,连续进样 6 次,在上述色谱条件下进行 HPLC 分析,测定桂皮酸峰面积,结果 RSD 为 0.53%。

2.6 重现性试验:分别精密称取同批号的冠心苏合丸(批号:2021770)和冠心苏合胶囊(批号:386009)适量各 6 份,按 2.3 项下操作,在上述色谱条件下进行 HPLC 分析,桂皮酸质量分数的 RSD 分别为 1.94%和 1.56%。

2.7 稳定性试验:分别精密称取冠心苏合丸(批号:2021770)和冠心苏合胶囊(批号:386009)适量,按 2.3 项下操作,分别于 0、1、2、8、12、24、48 h,在上述色谱条件下进行 HPLC 分析。结果表明,桂皮酸在 48 h 内稳定性良好,桂皮酸峰面积 RSD 分别为 1.18%和 1.38%。

2.8 回收率试验:分别精密称取已知含量的冠心苏合丸(批号:2021770)和冠心苏合胶囊(批号:386009)适量各 9 份,精密加入一定量的桂皮酸对照品溶液,按 2.3 项下操作,在上述色谱条件下进行 HPLC 分析,测定桂皮酸含量,计算加样回收率,结果冠心苏合丸和冠心苏合胶囊中桂皮酸的平均回收率分别为 98.9%、99.3%,RSD 分别为 1.90%、

1.83% ($n=9$)。

2.9 样品测定:分别精密称取冠心苏合丸和冠心苏合胶囊适量,按 2.3 项下操作,在上述色谱条件下对 3 批冠心苏合丸和 3 批冠心苏合胶囊进行 HPLC 分析,结果见表 1。

表 1 冠心苏合丸和冠心苏合胶囊中桂皮酸的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Content of cinnamic acid in Guanxin Suhe Pill and Guanxin Suhe Capsule ($n=3$)

制 剂	批 号	桂皮酸/(mg $\cdot$ g ⁻¹)	RSD/%
冠心苏合丸	2021770-1	0.159	2.00
	2021770-2	0.160	1.76
	3021047	0.170	1.91
冠心苏合胶囊	020923	0.357	1.29
	021145	0.260	1.56
	386009	0.236	1.73

3 讨论

3.1 冠心苏合丸是大蜜丸,实验中发现直接粉碎,取样有一定困难。而加入一定量的硅藻土后,可以使丸药分散均匀,便于取样和提取,用量以能均匀分散为度。

3.2 考察了冠心苏合丸和冠心苏合胶囊在超声处理 10、15、20、30 min 的提取率,在超声处理 20 min 内,冠心苏合丸和冠心苏合胶囊中桂皮酸的提取率随提取时间的延长而提高,再延长提取时间提取率基本相同,说明用超声法提取 20 min 即可。

3.3 由于桂皮酸极易溶于甲醇,微溶于水,故采用 100%甲醇作为提取溶剂。

3.4 流动相中加入一定量的冰醋酸,可以使被测物质分离度好,峰形对称。

3.5 本法测定冠心苏合丸和冠心苏合胶囊中桂皮酸的含量,样品预处理简单,分离度好,重现性好,对此两种制剂的质量控制具有一定的参考价值。

References:

- [1] Yang S, Jin B F, Zhang Z G, et al. Determination of cinnamaldehyde and cinnamic acid in *Ramulus Cinnamomi* and Guizhifuling Capsules by RP-HPLC [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2002, 24(6): 421-423.
- [2] Yang S, Liu Y Q, Li Y, et al. Determination of content of cinnamaldehyde and cinnamic acid in Xiaoliu Capsules by RP-HPLC [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药), 2000, 13(10): 593-594.

欢迎订阅《中草药》杂志 2004 年增刊

为了加速中药现代化进程,促进中药产业的技术创新,我部编辑出版了以“新技术在中药现代化中的应用”为主要内容的增刊。该增刊共收载论文 120 篇,总字数约 50 万字,每本定价 60 元,另加 5.00 元邮费。欢迎广大读者直接向《中草药》杂志编辑部订阅,款到寄刊。

编辑部地址:天津市南开区鞍山西道 308 号 邮编:300193 网址:www.tjpr.com
电话:(022) 27474913 23006821 传真:(022) 23006821 E-mail: zcyzjb@tjpr.com