

表 5 检查结果

Table 5 Result of test

名称	批号	供试品	供试品阳性	阳性对照	阴性对照
复方苦参注射液	20021007	---	+	+	-
	20020618	---	+	+	-
	20030403	---	+	+	-
参麦注射液	0306134	---	+	+	-
	0303084	---	+	+	-
	0303054	---	+	+	-
穿琥宁注射液	030301	---	+	+	-
	021102	---	+	+	-
	021202	---	+	+	-
艾迪注射液	20030203	---	+	+	-
	20030808	---	+	+	-
	20030706	---	+	+	-
华蟾素注射液	030401	---	+	+	-
	030202	---	+	+	-
	030203	---	+	+	-

通过对每种注射剂的 3 批产品进行检查,结果

表明均符合规定。

结果表明,复方苦参注射液、注射用穿琥宁、艾迪注射液存在干扰作用,经过一定比例的稀释,均可消除干扰。参麦注射液、华蟾素注射液按照 MVD 稀释进行检查,没有干扰。因此,5 种中药注射剂可采用 BET 法进行细菌内毒素的检查。

3 讨论

在操作过程中,影响实验结果的因素很多。如试剂的混合,应严格按照要求混合 15 min;放置一段时间的内毒素溶液再使用时,应再次混合,以防止内毒素的聚集;操作时间、反应的温度和时间也应严格控制,避免出现假阳性结果。

Reference:

[1] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.

HPLC 法测定胃康灵胶囊中芍药苷和甘草苷

张科卫,李伟,崔小兵,蔡皓,吴皓*

(南京中医药大学,江苏南京 210029)

胃康灵胶囊由白芍、白及、甘草、茯苓等数味药组成,具有柔肝和胃、散瘀止血、缓急止痛、去腐生新之功效,用于治疗肝胃不和、瘀血阻络所致的胃脘疼痛、连及两胁、噎气、泛酸;急慢性胃炎,胃、十二指肠溃疡,胃出血见上述证候者。处方中的白芍、甘草为重要药材,其中芍药苷和甘草苷与药品质量有密切的关系。本实验采用 HPLC 法同时检测其中的芍药苷和甘草苷,操作简便,方法可靠,重现性好,可以作为本产品质量控制的方法。

1 仪器、试剂与药品

Waters 515 型高效液相色谱仪,2487 型双波长紫外检测器,717 自动进样器,Millennium 32 色谱管理系统;Sartorius BP211D 型电子天平;乙腈为色谱纯,冰乙酸为分析纯,水为亚沸蒸馏水(自制);芍药苷(批号 0736-200116)由中国药品生物制品检定所提供,甘草苷对照品由本实验室分离纯化制得,经 UV、IR、MS、NMR 等结构鉴定,HPLC 检测为单一成分,质量分数达到 99% 以上;胃康灵胶囊(自制,每粒 0.4 g)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:Kromasil C₁₈柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-0.5%冰乙酸(16:84);体积流量:1.0 mL/min;检测波长:230 nm(芍药苷)、276 nm(甘草苷);柱温:30 ℃。理论塔板数以芍药苷计不低于 5 000。此条件下经白芍、甘草空白对照试验,证明其他药材不干扰白芍、甘草的测定,并且芍药苷、甘草苷与其他组分的分离度均于大于 1.5,色谱图见图 1。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备:分别取干燥至恒重的芍药苷、甘草苷对照品适量,精密称定,加 16%乙腈溶解,分别配成含芍药苷 204 μg/mL、甘草苷 228 μg/mL 的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备:取装量差异项下的胃康灵胶囊内容物约 0.2 g,研细,精密称定,置 25 mL 具塞锥形瓶中,精密加入 16%乙腈 10 mL,密塞,称定质量,超声处理(功率 200 W,频率 40 kHz) 30 min,放冷,再称定质量,用 16%乙腈补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。同法制备缺白芍、甘草的阴性对照溶液。

收稿日期:2006-02-29

作者简介:张科卫(1971-),女,助理研究员,硕士,从事新药研究与开发。 Tel:(025)86798269 E-mail:kewei_31@163.com

*通讯作者 吴皓

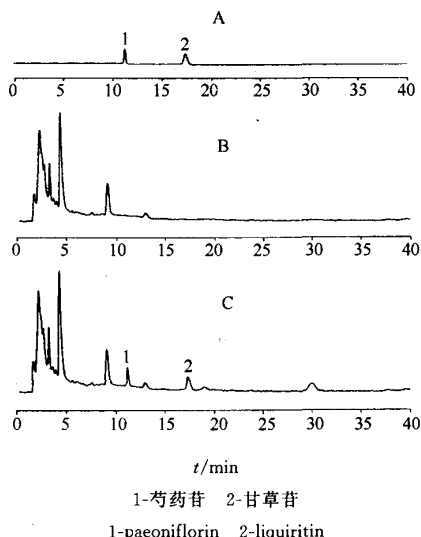


图 1 对照品溶液(A)、阴性样品溶液(B)和胃康灵胶囊(C)的HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of reference substances (A), negative sample (B), and Weikangling Capsules (C)

2.3 线性关系的考察:准确吸取对照品溶液 0.5、1.5、2.5、3.5、4.5 mL 置 10 mL 量瓶中,加 16% 乙腈稀释至刻度,摇匀。各取 10 μ L 进样,按色谱条件测定峰面积积分值。以质量浓度为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,得线性回归方程。芍药苷的方程为 $Y = 2.712 \times 10^4 X + 1.05 \times 10^3, r = 0.9998$; 甘草苷的方程为 $Y = 1.693 \times 10^4 X - 1.02 \times 10^3, r = 0.9999$ 。表明芍药苷在 10.2~91.8 μ g/mL,甘草苷在 11.4~102.6 μ g/mL 与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 精密度试验:精密吸取混合对照品溶液(含芍药苷 51 μ g/mL,甘草苷 57 μ g/mL),连续进样 6 次,测定峰面积。结果芍药苷、甘草苷峰面积积分值的 RSD 分别为 1.62%、1.83%。

2.5 重现性试验:取同一批样品按供试品溶液的制备方法平行制备 6 份,依法测定,计算,结果芍药苷、甘草苷质量分数的 RSD 分别为 1.23%、1.62%。

2.6 稳定性试验:取同一供试品溶液分别在 0、2、

4、6、8、10、12 h 进样 10 μ L,测定芍药苷、甘草苷约峰面积,结果 RSD 分别为 1.30%、1.54%,表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.7 回收率试验:精密称取含芍药苷 1.204 mg/粒、甘草苷 1.471 mg/粒的胃康灵胶囊共 9 份,每份的 0.1 g,分别精密加入对照品储备液(含芍药苷 0.612 mg/mL,甘草苷 0.738 mg/mL)0.4、0.5、0.6 mL,每个平行 3 份,按供试品溶液制备方法制成加样回收样品液,进样测定。结果芍药苷平均回收率为 100.69%,RSD 为 1.04%($n=9$);甘草苷平均回收率为 100.30%,RSD 为 1.24%($n=9$)。

2.8 样品测定:取不同批号的胃康灵胶囊供试品溶液,分别精密吸取混合对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,测定,以外标一点法计算,每个批号平行 3 份,每份进样 2 次。结果见表 1。

表 1 胃康灵胶囊中芍药苷和甘草苷的测定结果($n=3$)

Table 1 Content of paeoniflorin and liquiritin in Weikangling Capsules ($n=3$)

批号	芍药苷/(mg·粒 ⁻¹)	甘草苷/(mg·粒 ⁻¹)
030510	1.204	1.471
030512	1.386	1.498
030515	1.185	1.397

3 讨论

3.1 本实验比较了甲醇-水、乙腈-水、甲醇-冰乙酸、乙腈-冰乙酸系统及梯度洗脱条件下对样品芍药苷、甘草苷分离度的影响,结果发现采用乙腈-0.5%冰乙酸(16:84)洗脱时芍药苷、甘草苷即能得到良好的分离。

3.2 胃康灵胶囊的质量控制方法在《中国药典》2005 年版一部采用 HPLC 法单独测定其中芍药苷。由于方中白芍为君,平肝止痛,养血调经,敛阴止汗,甘草为臣,补脾益气,清热解毒,祛痰止咳,缓急止痛,调和诸药,两药的质量将直接影响本品的药效。本实验探索了采用反相 HPLC 法同时测定胃康灵胶囊中芍药苷和甘草苷,方法简便、快捷、可行,可以作为该产品质量控制的方法。

敬告读者

《中草药》杂志编辑部尚存部分过刊合订本,包括:1974-1975 年、1976 年、1979 年、1985-1994 年(80 元/年),1995-1997 年(110 元/年)、1998 年(120 元/年)、1999 年(135 元/年)、2000 年(180 元/年)、2001-2003 年(200 元/年)、2004 年(220 元/年)。1996 年增刊(50 元)、1997 年增刊(45 元)、1998 年增刊(55 元)、1999 年增刊(70 元)、2000 年增刊(70 元)、2001 年增刊(70 元)、2002 年增刊(65 元)、2003 年增刊(65 元)、2004 年增刊(65 元)、2005 年增刊(65 元)、2006 年增刊(65 元)。欢迎订购 订阅者请直接与《中草药》杂志编辑部联系。