

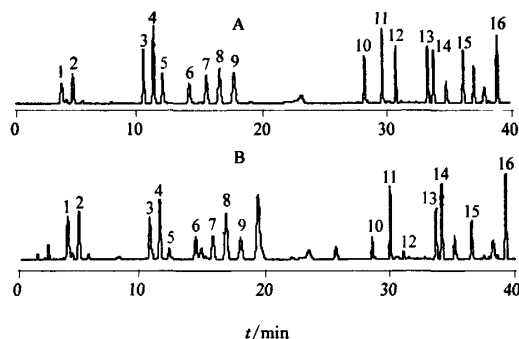
制备供试品溶液,进样测定,每份供试品重复进样 2 次,用峰面积按外标法定量。4 个厂家宁心宝胶囊的水

解氨基酸测定结果见表 2。16 种氨基酸对照品溶液和宁心宝胶囊中水解氨基酸的 HPLC 分离结果见图 1。

表 2 宁心宝胶囊的测定结果

Table 2 Determination of amino acid in Ningxinbao Capsula

批 号	质量分数/(mg·粒 ⁻¹)															
	Asp	Glu	Ser	Gly	His	Arg	Thr	Ala	Pro	Tyr	Val	Met	Ile	Leu	Phe	Lys
辽宁天龙药业有限公司(20020301)	6.163	5.273	2.784	4.563	1.187	3.715	3.068	4.452	3.488	1.434	3.303	0.773	2.692	4.169	2.837	3.671
昆明赛诺制药有限公司(05031501)	6.719	5.928	4.206	3.395	1.464	3.643	3.176	4.749	2.615	1.761	3.631	0.475	3.111	4.705	3.083	3.607
东北制药集团沈阳第一制药厂(050601)	7.948	7.895	4.220	3.811	1.703	4.442	3.817	5.480	3.065	2.482	4.526	0.807	4.028	6.238	3.833	4.709
锦州九洋药业有限责任公司(20040702)	6.409	6.016	3.534	3.153	1.385	4.032	3.159	4.562	2.644	1.919	3.747	0.677	3.300	5.144	3.167	3.997



1-Asp 2-Glu 3-Ser 4-Gly 5-His 6-Arg 7-Thr 8-Ala
9-Pro 10-Tyr 11-Val 12-Met 13-Ile 14-Leu 15-Phe
16-Lys

图 1 氨基酸对照品(A)和宁心宝胶囊(B)的 HPLC 图
Fig. 1 HPLC Chromatograms of amino acids reference substances (A) and Ningxinbao Capsula (B)

3 讨论

由于宁心宝胶囊对心脏病的作用机制尚未十分明确,还有待更进一步的探讨和研究^[3]。为了更有效地控制好该品种的质量,确保其临床疗效,笔者用异硫氰酸苯酯(PITC)柱前衍生化 RP-HPLC 法测定其氨基酸。通过酸水解使其转化成游离氨基酸,比原有标准测其总氮量的方法更确切、全面,对控制其工艺稳定性提供了可靠依据。此法具有分析时间短、成本低、重现性好、稳定性好等优点,对控制该药品质量起到一定的作用。

参考文献:

- [1] 卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂第 11 册, 1996.
- [2] 王尊生,顾宇翔. 冬虫夏草(*Cordyceps sinensis*)菌丝体固体发酵粉化学成分的分析[J]. 天然产物研究与开发, 2005, 17 (3): 331-336.
- [3] 周建树,池景良,李鑫. 冬虫夏草的化学成分及药理功能研究进展[J]. 人参研究, 2005(1): 18.

HPLC 法测定黄体超泻痢丹中甘草酸

王 杰¹,黄可婧¹,吕曙华¹,樊 岩²

(1. 天津市药品检验所,天津 300070; 2. 天津工业大学,天津 300160)

黄体超泻痢丹为香港黄体超制药厂产品,其处方以甘草、赤石脂、茯苓等中药材组成,具有治疗急泻、湿滞泻、食滞泻、呕吐肚痛等功效。处方中甘草具有补脾益气,清热解毒,缓急止痛,调和诸药作用,与成品的功效相吻合。因此,本实验采用高效液相色谱法,以甘草酸为定量指标进行了测定,为该制剂的质量控制提供了保证。

1 仪器与试剂

日本岛津 2010A 高效液相色谱仪。

甘草酸铵对照品购自中国药品生物制品检定所(批号 110731-200511),黄体超泻痢丹由香港标准

及检定中心提供,甲醇、冰醋酸、醋酸铵为分析纯,水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱为 Diamonsil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-0.2 mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸(67:33:1);柱温:30℃;体积流量:1 mL/min;检测波长:250 nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于 3 000。色谱图见图 1。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备:取甘草酸对照品适量,精密称定,加流动相制成 0.1 mg/mL 的溶液,摇匀,

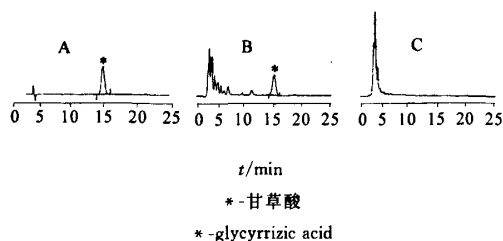


图1 甘草酸对照品(A)、黄体超泻痢丹(B)和阴性对照品(C)的HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of glycyrrizic acid reference substance (A), Huangtichao Xieli Pellets (B), and negative sample (C)

即得(甘草酸铵0.1 mg折合甘草酸为0.098 mg)。

2.2.2 供试品溶液的制备:取装量差异项下的本品0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入流动相25 mL,称定质量,加热回流40 min,放冷,再称定质量,用流动相补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.3 阴性样品溶液的制备:按处方配比,取除甘草的其他药味,制成阴性对照(香港标准及检定中心提供),按供试品溶液的制备方法同法处理。

2.3 线性关系考察:取甘草酸铵对照品适量,精密称定,加入甲醇制成含甘草酸0.198 4 mg/mL的储备液。精密吸取2、4、6、8 mL置10 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取上述4种溶液及储备液各10 μ L,注入液相色谱仪,测定各自峰面积值。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,得回归方程 $Y=8.27 \times 10^5 X-9.50 \times 10^4$, $r=0.999 9$,线性范围为0.396 8~1.984 0 μ g。

2.4 精密度试验:精密吸取供试品溶液10 μ L,连续进样5次,测定甘草酸峰面积值,计算,结果其RSD为0.16%。

2.5 稳定性试验:取本品1份,制备供试品溶液,分别在0、2、4、6、8、12 h进样测定,计算得甘草酸峰面积值的RSD为0.30%,表明供试品溶液在12 h内

基本稳定。

2.6 重现性试验:取同一批样品6份,制备供试品溶液,进样分析,计算得甘草酸的平均质量分数为3.62 mg/g,RSD为0.62%。

2.7 加样回收率试验:取甘草酸铵对照品适量,加流动相制成含甘草酸0.191 1 mg/mL的溶液,备用。精密称取样品0.25 g(含甘草酸3.62 mg/g)6份,精密加入上述对照品溶液5 mL,制备供试品溶液,进样,测定,计算,结果平均回收率为98.72%,RSD为0.65%。

2.8 样品测定:取样品(批号为No. 335)适量,制备供试品溶液,进样,测定,采用外标法计算,得甘草酸的质量分数为3.62 mg/g。

3 讨论

取本品适量,分别精密称取6份,每份0.5 g,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25 mL,称定质量,分别超声处理10、20、30、40、50、60 min,放冷,再称定质量,用甲醇补足各自的质量,摇匀,滤过,取续滤液用(0.45 μ m)微孔滤膜滤过,进样10 μ L,测定,结果甘草酸的质量分数分别为2.04、2.14、2.24、2.31、2.56、2.60 mg/g。结果表明,随超声时间的延长,甘草酸的质量分数呈递增趋势,故将超声提取改为加热回流提取。另《中国药典》2005年版一部甘草项下甘草酸的提取溶剂为流动相甲醇-0.2 mol/L醋酸铵溶液-冰醋酸(67:33:1),因此使用该溶液采用加热回流方式进行了考察:取本品分别精密称取5份,每份0.5 g,置具塞锥形瓶中,分别精密加入流动相25 mL,称定质量,分别加热回流提取20、30、40、50、60 min,放冷,再称定质量,用流动相补足各自质量,摇匀,滤过,进样10 μ L,结果甘草酸质量分数分别为3.55、3.58、3.64、3.63、3.64 mg/g。结果表明加热回流40、50、60 min甘草酸质量分数基本相同,故采取回流提取40 min的方法为本试验的提取方法。

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),2005年(260元/年),2006年(280元/年),2007年(280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),2007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。

电话:(022) 27474913 23006821

传真:(022) 23006821

E-mail: zcyzbbjb@sina.com

HPLC法测定黄体超泻痢丹中甘草酸

作者：[王杰](#)，[黄可婧](#)，[吕曙华](#)，[樊岩](#)
作者单位：[王杰, 黄可婧, 吕曙华\(天津市药品检验所, 天津, 300070\)](#)，[樊岩\(天津工业大学, 天津, 300160\)](#)
刊名：[中草药](#)
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2008, 39(7)

本文链接：http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200807026.aspx