

HPLC 测定眩晕宁片中齐墩果酸的含量

文才华* 邓秋丽* 李进英* 李 胜*

摘要:目的:建立HPLC法对眩晕宁片中齐墩果酸的含量测定。方法:采用Platisil ODS柱(250mm×5.0mm,5μm),流动相为甲醇-0.4%磷酸(90:10v/v),流速1.0mL·min⁻¹;检测波长210nm,柱温40℃。结果:齐墩果酸在0.175~1.225ug范围内线性关系良好,得回归方程:y=6.24×10³+1.47×10⁴(r=0.999 9,n=7),最低检测质量浓度为0.175ug,眩晕宁片中齐墩果酸的含量为61.70ug/g~62.05ug/g。结论:该方法具有操作简便、方法可靠、结果准确、稳定性好的特点,可用于眩晕宁片中齐墩果酸的含量测定及质量控制。

关键词:HPLC;眩晕宁片;含量测定;齐墩果酸

中图分类号:R284.1 文献标识码:A

文章编号:1006-0979(2011)09-0113-02

眩晕宁片是由泽泻、白术、茯苓、陈皮、半夏(制)、女贞子、墨旱莲等十种中药制成的片剂。具有健脾利湿,益肝补肾的功效。用于痰湿中阻、肝肾不足引起的头昏、头晕等症。其原有质量控制标准是薄层色谱法,仅作定性鉴别,另有文献报道^[1],用高效液相色谱法测定橙皮苷含量。为进一步控制眩晕宁片质量,在参考有关文献^[2]的基础上,建立了高效液相色谱法测定眩晕宁片中齐墩果酸含量的方法,本法准确、简便、快速,可作为眩晕宁片的质量控制指标。

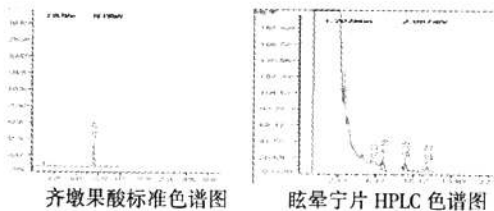
1 仪器与试剂

岛津 LC-10AVP 高效液相色谱仪、SPD-10AVP 紫外外-可见检测器、WML-2010 色谱工作站,甲醇(高效液相色谱淋洗剂;上海国药集团化学试剂有限公司)、冰醋酸为分析纯,双蒸水(自制)。齐墩果酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号:0709-9808);眩晕宁片为广西某某制药有限公司产品(批号:091121、100528、101116)。

2 方法与结果

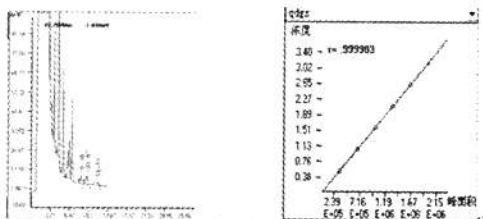
2.1 色谱条件:Platisil ODS 柱(250×5.0mm,5μm),以甲醇-0.4%磷酸(90:10V/V)为流动相,流速 1.0mL·min⁻¹;检测波长 210nm,柱温 40℃。结果见图 1。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取齐墩果酸对照品 10.5mg,置 50mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液(0.21 mg·mL⁻¹)。



2.3 供试品溶液的制备:取眩晕宁片,研磨,精密称取 4.0g 至 100mL 具塞三角烧瓶中,加流动相 20.0mL,超声提取 60min,取出,放至室温,用甲醇补足减失的质量,用定量滤纸过滤,取续滤液 1.0mL,离心 15min(15 000r·min⁻¹),上清液即为供试品溶液。

2.4 阴性干扰实验:按处方比例取处方中除女贞子以外的药材,制备缺少女贞子的阴性样品,按 2.3 项下方法制备阴性对照品溶液,分别精密吸取对照品溶液、阴性对照品溶液及供试品溶液各 17.5μL,注入到高效液相色谱仪中。结果可见,在阴性对照品溶液色谱图中与对照品溶液色谱图相应处无吸收峰,在供试品溶液色谱图中齐墩果酸的峰与其他成分峰的基本达到基线分离见图 1。



眩晕宁片阴性样品 HPLC 色谱图 齐墩果酸标准曲线

2.5 标准曲线考察:精密吸取齐墩果酸对照品溶液 2.5、5.0、7.5、10.0、12.5、15.0、17.5μL,分别注入高效液相色谱仪,测定峰面积,以对照品进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程 y=6.24×10³+1.47×10⁴(r=0.999 9,n=7),结果表明,齐墩果酸在 0.175~1.225μg 的线性范围线性关系良好,最低检出限为 0.175μg。

表 1 齐墩果酸加样回收率

取样量 g	样品中含量 μg	加入对照品的量 μg	测得量 μg	回收率 %	平均回收率 %	RSD %
1.0	61.87	210	267.345	98.34		
1.0	61.87	210	266.658	98.08		
1.0	61.87	210	264.563	97.31		
1.0	61.87	315	368.692	98.34		
1.0	61.87	315	376.87	97.83	97.66	0.61
1.0	61.87	315	364.43	96.70		
1.0	61.87	420	466.836	96.88		
1.0	61.87	420	471.895	97.93		
1.0	61.87	420	470.112	97.56		

2.6 精密度实验:取同一对照品溶液,分别精密吸取 10.0μL,注入到高效液相色谱仪中,进样 6 次。结果齐墩果酸峰面积的 RSD 为 1.63%,提示所使用仪器的精密度良好。

表 2 眩晕宁片中齐墩果酸的测定结果(n=3)

批号	测得齐墩果酸含量(ug/g)
090620	61.94
090620	61.86
090620	61.83
090906	61.93
090906	62.05
090906	61.96
091102	61.78
091102	61.70
091102	61.82

2.7 稳定性实验:取同一供试品溶液,每隔 2h 进样 1 次,连续 6

* 广西南宁市广西医科大学附属肿瘤医院(530021)
2011 年 3 月 25 日收稿

次, RSD 为 1.76%, 表明供试品溶液在 12h 内稳定性良好。

2.8 回收率实验: 取已知齐墩果酸含量为 61.87 $\mu\text{g/g}$ 的样品适量, 研磨, 精密称取 1.0g, 共 9 份, 分别加入标准品溶液 1.00mL、1.50mL、2.00mL, 按 2.3 项下方法进行提取, 进样测定, 计算回收率。结果示平均回收率为 97.66%, RSD 值为 0.61%。见表 1。

2.9 样品含量测定: 分别精密称取经研磨的不同批号(091121、100528、101116)的眩晕宁片 9 份(每一批号 3 份), 按“2.3”项下制备, 各取 17.5 μL , 注入 高效液相色谱仪, 测定, 即得。含量测定结果见表 2。

3 讨论

原部颁标准仅对方中几种中药材的薄层鉴别, 女贞子中的主要成份齐墩果酸具有较强的抗菌消炎作用, 同时还具有保护

肝脏、利尿渗湿等功效。取眩晕宁片, 研磨, 精密称取一定量, 加流动相, 超声提取 60min, 用定量滤纸过滤, 续滤液 1.0mL, 离心 15min(15 000r/min), 上清液即可进样测定, 齐墩果酸的分离度大于 1.5, 完全符合药典要求。

本文建立的测定齐墩果酸含量方法, 操作简单, 方法稳定, 可作为眩晕宁片质量控制的另一指标的方法。

参考文献

- [1] 谢东, 莫智梅, 陆敏仪等. 眩晕宁片的质量控制[J]. 华西药学杂志, 2002, 17(4): 264-266.
- [2] 王林凤, 杨红侠. HPLC 测定潮安颗粒中齐墩果酸的含量[J]. 现代中医药, 2007, 27(2): 64-65.

复方银花感冒颗粒质量标准的研究

许佩兰*

摘要: 目的: 建立复方银花感冒颗粒制备质量标准。方法: 采用薄层色谱法鉴别制剂中金银花成分绿原酸、黄芩成分黄芩苷。结果: 重现性好, 阴性对照实验无干扰。结论: 可作为该药的定性鉴定方法。

关键词: 复方银花感冒颗粒; 质量标准

中图分类号: R284 文献标识码: A

文章编号: 1006-0979(2011)09-0114-01

复方银花感冒颗粒是我院自制制剂, 处方来源于我院经验方。处方由柴胡、金银花、葛根、青蒿、连翘、黄芩、桔梗、苦杏仁、薄荷脑组成。方中柴胡性微寒, 味苦, 具有清热解毒, 散结, 消肿, 排脓之功效; 葛根性凉, 味甘、辛, 解肌退热, 生津止渴, 透发斑疹之功效; 青蒿性寒, 味辛、苦, 归肝、胆、肾经, 具有清热解暑, 除蒸截疟之功效; 黄芩性寒, 味苦, 具有清热燥湿、泻火、解毒之功效; 桔梗性平, 味苦、辛, 具有宣肺祛痰, 利咽排脓之功效; 苦杏仁性温, 味苦, 具有止咳, 平喘, 润肠之功效。辅以薄荷脑疏风清热解暑。九味药组成在临床上用于感冒发热, 头痛鼻塞, 伤风咳嗽, 咽喉肿痛, 四肢倦怠, 流行性感冒。效果十分显著, 临床需求比较大。为了更好地为广大患者服务, 对质量标准进行了深入研究, 进一步提高产品的质量。

1 制法

以上除薄荷脑外, 其余柴胡等 8 味, 加水煎煮 2 次, 第 1 次用 10 倍量水煎煮 4h, 第 2 次用 8 倍量水煎煮 4h。合并滤液, 滤液浓缩成稠膏, 加蔗糖粉(膏粉比例 1:7), 混合, 制粒, 80℃ 以下干燥, 整粒, 将薄荷脑加乙醇适量溶解后, 喷入颗粒。本品为棕褐色颗粒, 气香, 味微苦。

2 TLC 鉴别

2.1 仪器与试剂: 复方银花感冒颗粒及阴性样品为本院制剂室制备; 对照品购于中国药品生物制品检定所; 硅胶(青岛海洋化工厂生产)。所用试剂均为分析纯。

2.2 金银花的薄层鉴别: 取复方银花感冒颗粒 5g, 加甲醇 5mL, 超声处理 20min, 滤过, 滤液作为供试品溶液^[1]。并同法制备缺金银花的阴性对照溶液。另取绿原酸对照品, 加甲醇制成每 1mL 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)^[2]试验, 吸取上述三种溶液各 10 μL , 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以乙酸丁酯-甲酸-水(7:2.5:2.5)的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与绿原酸对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。见附图 1。

2.3 黄芩的薄层鉴别: 取复方银花感冒颗粒 5g, 加乙酸丁酯-甲

醇(3:1)5mL, 超声处理 20 分钟, 滤过, 滤液作为供试品溶液。并同法制备缺黄芩的阴性对照溶液。取黄芩苷对照品, 加乙酸丁酯制成每 1mL 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)试验^[2], 吸取上述三种溶液各 10 μL , 分别点于以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以乙酸丁酯-丁酮-甲酸-水(5:3:1:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 1% 三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中, 在与黄芩苷对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。见附图 2。

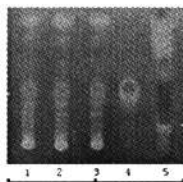


图 1 复方银花感冒颗粒绿原酸鉴别 1 2 3 样品 4 绿原酸 5 阴性对照

图 2 复方银花感冒颗粒绿原酸鉴别 1 2 3 样品 4 黄芩苷 5 阴性对照

2.4 结论: 金银花中主要成分绿原酸为咖啡酸奎尼酸酯, 因而既能被酸也能被碱催化水解。绿原酸被认为是众多药材和中成药抗菌解毒、消炎利胆的主要有效成分, 通常被作为定性甚至定量的指标。据报道, 绿原酸的主要生物活性有对透明质酸酶及葡萄糖-6-磷酸酶的抑制作用, 对自由基的清除及抗脂质过氧化作用, 抗诱变作用, 保肝利胆作用, 抗菌、抗病毒及解痉等作用^[3]。黄芩苷是一种黄酮类化合物, 具有显著的生物活性, 具有抑菌、利尿、抗炎、抗变态及解痉作用, 并且具有较强的抗癌反应等生理效能^[4]。金银花、黄芩薄层鉴别方法, 其操作简便, 重现性好, 阴性对照无干扰, 可对本品进行定性鉴别, 可有效的控制复方银花感冒颗粒的质量。

参考文献

- [1] 林丹, 赵国玲, 刘佳佳. 金银花不同提取方法的绿原酸比较研究[J]. 天然产物研究与开发, 2003(02).
- [2] 2010 年版《中国药典》一部。
- [3] 吴卫华, 康楨. 绿原酸的药理学研究进展[J]. 2006(4): 691-694.
- [4] 李雪, 付守廷. 黄芩苷药理作用研究新进展[J]. 沈阳药科大学学报, 2008(2): 158-162.

* 河南省安阳市中医院(455000)

2011 年 3 月 9 日收稿

HPLC测定眩晕宁片中齐墩果酸的含量

作者: [文才华](#), [邓秋丽](#), [李进英](#), [李胜](#)
作者单位: [广西南宁市广西医科大学附属肿瘤医院, 530021](#)
刊名: [内蒙古中医药](#)
英文刊名: [INNER MONGOL JOURNAL OF TRADITIONAL CHINESE MEDICINE](#)
年, 卷(期): 2011, 29 (9)

参考文献(2条)

1. [王林凤;扬红侠](#) [HPLC测定潮安颗粒中齐墩果酸的含量](#) 2007 (02)
2. [谢东;莫智梅;陆敏仪](#) [眩晕宁片的质量控制](#) 2002 (04)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_nmgzyy201109102.aspx