

反相高效液相色谱法检查中药保健品中8种激素类成分

郝冰冰¹ 郭瑞锋¹ 何建峰²

(1. 河北省药品检验所 河北 石家庄 050011; 2. 河北省邯郸市中医院 河北 邯郸 056001)

摘要: 目的 鉴别中药保健品中掺入的激素类成分。方法 色谱柱为 Diamonsil C₁₈ 柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水, 梯度洗脱, 流速 1.0 mL/min, 检测波长 240 nm, 柱温为室温, 进样量 10 μL。结果 8 种激素类成分分离效果良好, 保留时间合理。结论 反相高效液相色谱法可检测出中药保健品中掺入的 8 种激素类成分。

关键词: 激素; 中药; 保健品; 反相高效液相色谱法; 检测

中图分类号 R927.2 R977.1*1

文献标识码 A

文章编号 1006-4931(2007)17-0019-01

激素类药物是临床上广泛使用的一种抗炎、抗过敏、抗风湿药物。笔者曾采用不同比例的乙腈-水进行梯度洗脱, 分离了氢化可的松等 10 种激素药物, 在此基础上又重新设计流动相梯度洗脱方法, 同时分离 10 种成分之外的 8 种常用激素成分(泼尼松、醋酸氢化泼尼松、醋酸氟氢可的松、丁酸氢化可的松、醋酸去炎松、哈西奈德、丙酸氯倍他索、丙酸倍氯米松)^[1], 且均达到基线分离。用该方法检测市场抽样的中药制剂喘金宝, 操作简便, 结果准确可靠, 现报道如下。

1 仪器与试剂

LC-10ADvp 型高效液相色谱仪(日本岛津), 岛津 LCMS-solution 型工作站, SCL-10A 型系统控制器, LC-10AD 型泵, SPD-M10A 型二极管阵列检测器(日本岛津), DGU-4A 型在线脱气机, CTO-10A 型柱室。泼尼松、醋酸氢化泼尼松、醋酸氟氢可的松、丁酸氢化可的松、醋酸去炎松、哈西奈德、丙酸氯倍他索、丙酸倍氯米松对照品均购于中国药品生物制品检定所, 中药制剂喘金宝为市场抽检样品, 乙腈为色谱纯, 试验用水为纯化水。

2 方法和结果

2.1 色谱条件及系统适用性试验

色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相: 乙腈(A)-水(B); 梯度洗脱方法: 0→4(35% A)→24(75% A)→29(35% A)→40(35% A)。二极管阵列检测器及 UV 检测波长 240 nm; 柱温: 室温; 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μL。8 种成分分离效果良好, 拖尾因子均在 1.0 左右, 理论塔板数均在 8 000~10 000。色谱图见图 1。

2.2 线性关系考察

分别称取上述 8 种激素对照品适量, 置同一 50 mL 量瓶中, 用乙醇溶解并稀释至刻度, 按上述色谱条件记录色谱图。以质量浓度(X)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归, 在线性范围内 8 种成分的质量浓度与峰面积均呈良好的线性关系(表 1)。

2.3 精密度试验

取混合对照品溶液, 连续进样 6 次, 记录色谱图。结果 8 种激素成分的 RSD 均小于 1.0%, 表明仪器精密度良好。

2.4 耐用性试验

取混合对照品溶液, 分别采用不同品牌的色谱柱和不同型号的液相色谱仪照拟订的方法操作, 结果 8 种成分仍能够很好地分

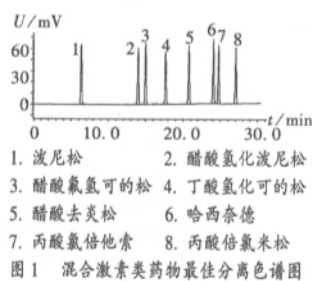


图 1 混合激素类药物最佳分离色谱图

表 1 线性关系考察结果

编号	药物	线性范围(μg/mL)	r	回归方程
1	泼尼松	1.08~54.32	0.999 9	$Y = -2.369 \times 10^{-1} X + 2.607 \times 10^4$
2	醋酸氢化泼尼松	1.30~65.60	0.999 9	$Y = -1.766 \times 10^{-1} X + 2.153 \times 10^4$
3	醋酸氟氢可的松	1.17~58.72	0.999 9	$Y = -3.621 \times 10^{-1} X + 2.460 \times 10^4$
4	丁酸氢化可的松	1.16~58.22	0.999 9	$Y = -4.187 \times 10^{-1} X + 2.190 \times 10^4$
5	醋酸去炎松	1.29~64.62	0.999 9	$Y = -1.855 \times 10^{-1} X + 2.144 \times 10^4$
6	哈西奈德	0.77~38.47	0.999 9	$Y = -6.036 \times 10^{-1} X + 3.939 \times 10^4$
7	丙酸氯倍他索	1.32~66.35	0.999 9	$Y = 1.202 7 \times 10^{-1} X + 2.039 \times 10^4$
8	丙酸倍氯米松	1.53~76.52	0.999 9	$Y = -7.802 \times 10^{-1} X + 1.736 \times 10^4$

离且保留时间合理。

2.5 最小检出量确定

分别称取上述 8 种激素对照品适量, 用乙醇溶解并稀释后, 分别测定最小检出量。泼尼松、醋酸氢化泼尼松、醋酸氟氢可的松、丁酸氢化可的松、醋酸去炎松、哈西奈德、丙酸氯倍他索、丙酸倍氯米松的最小检出量分别为 21.7、26.0、23.5、23.3、25.9、15.4、26.5、30.6 ng/mL。

2.6 中药制剂中激素成分检查

取市售喘金宝蜜丸 3

粒, 粉碎后用适量乙醇超声溶解, 离心, 取上清液 10 μL 进样, 记录色谱图。结果在与泼尼松对照品相同峰位处检出该制剂中掺入的泼尼松。色谱图见图 2。

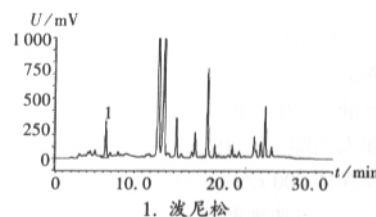


图 2 喘金宝高效液相色谱图

3 讨论

3.1 采用文中色谱条件可直接进行色谱-质谱(LC-MS)检测, 并同时得到 8 种激素的质谱峰, 且准确度和分离度均良好。

3.2 用二极管阵列检测器对混合对照品溶液进行全波长扫描, 结果 8 种激素成分的紫外图谱极为相似, 因此通过比较色谱峰的紫外图谱也可快速鉴别中药制剂中是否含有激素成分。

作者简介: 郝冰冰, 女, 硕士, 主管药师, 从事药物分析及药品标准起草和复核工作, (电话) 0311-85212004-8038 (电子信箱) guorufeng@163.com。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(二部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005 21, 79-80, 368, 849.

(收稿日期 2007-01-19)

张广求, 男, 本文通讯作者, 主要从事质量管理、药物分析和制剂研究工作, (电话) 0713-8625312 (电子信箱) hp2005@sohu.com。

参考文献:

[1] 卫生部药政局. 中国医院制剂规范(西药制剂)[M]. 第 2 版. 北京: 中国医药科技出版社, 1995: 167.

[2] 张君倩, 高文兰, 金相成. 双波长分光光度法测定氯麻滴鼻剂的含量[J]. 沈阳药学院学报, 1991, 8(3): 212.

[3] 张广求. 多波长吸收度比值差法测定氯麻滴鼻液含量[J]. 西北药学杂志, 1995, 10(6): 245.

(收稿日期 2007-01-16; 修回日期 2007-05-17)