

峰,缩短检测时间。感冒通在此检测条件下稳定,线性良好,可用于含量测定。此方法灵敏度高,检测下限满足马来酸氯苯那敏的均匀度检查。

由于没有使用流动相作溶剂,故出现了溶剂峰。但本方法能有效地使马来酸氯苯那敏与溶剂峰完全分离,最适合作为溶出度或释放度的含量测定。

参考文献:

[1] 何铭新,杨彦新.感冒通片中双氯灭痛的含量测定[J].药物分

析杂志,1987,7(1):54.

[2] 胡德福.感冒通片中双氯灭痛含量测定方法的比较[J].药物分析杂志,1991,11(1):47.

[3] 中国药典.2000版[S].2000:76.

[4] 高相善,李明洙.高效液相色谱法测定感冒通片中扑尔敏的含量[J].延边医学院学报,1993,16(1):69.

[5] 倪坤仪,韩南银.RP-HPLC测定复方感冒灵片中四种成分的研究[J].中国药科大学学报,1998,29(1):42.

收稿日期:2002-09-20

利肝消脂颗粒质量标准研究

李永溟¹,滕月新¹,戴翔铃²,王同康³(1.连云港市第一人民医院,江苏连云港 222002;2.连云港市康缘药业公司,江苏连云港 222001;3.连云港市药品检验所,江苏连云港 222001)

摘要 目的:建立利肝消脂颗粒质量标准。方法:采用 HPLC 对方中柴胡、茵陈、何首乌进行鉴别;用 HPLC 测定丹参素的含量。结果:在 TLC 色谱中的均能检出柴胡、茵陈、何首乌;丹参素含量测定方法的线性范围为 0.3~4.9 μg/ml ($r=0.9999, n=5$),平均回收率为 99.7% ($RSD=1.33%, n=5$)。结论:所建立的方法,较为合理,重复性好,可作为利肝消脂颗粒质量控制标准。

关键词 利肝消脂颗粒;丹参素;HPLC;质量标准

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2002)06-0348-03

利肝消脂颗粒是我院药剂科李永溟主管药师筛选的院中药制剂,它由 15 味中药配制而成,具有活血化瘀,软坚散坚,和胃健脾,清热解毒功能,主治肝郁血瘀所致的脂肪肝病。为了研究该制剂的内在质量,对方中主药柴胡、茵陈、何首乌等分别进行薄层色谱法定性鉴别,对方中君药丹参的活性成分丹参素^[1]采用 HPLC 法时进行定量分析,报道如下。

1 仪器与试剂

岛津 LC-64 HPLC 仪,SPD-6AV 紫外检测器,C-R4A 数据处理机,丹参素对照品由中国药品生物制品检验所提供,所用甲醇为色谱纯,其余均为化析纯,硅胶 G(青岛海洋化工厂)。柴胡、茵陈、何首乌、丹参药材由连云港市药品检验所王同康副主任药师鉴定。

2 定性鉴别

2.1 茵陈的鉴别

取本品 3g,加甲醇 50ml,超声提取 15min,滤过。滤液蒸干,残渣加水 20ml 溶解,置分液漏斗中,用乙酸乙酯萃取 2 次,每次 15ml。合并乙酸乙酯,蒸干,残渣加甲醇 1ml 溶解,作为供试品溶液^[2]。另取茵陈对照药材 1.4g,按上述方法制备,作为对照药材溶液。再取缺茵陈的样品制成空白对照溶液。照薄

层色谱试验(《中国药典》2002 版一部附录 VIB)试验,吸取供试液,空白对照液各 4 μl,对照药材液 3 μl。分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-甲酸乙酯-甲酸(5:4:1)为展开剂,展开,取出晾干,喷以二硝基苯胍乙醇试液,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,见图 1。

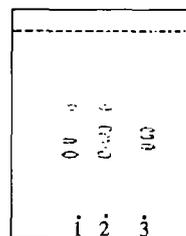


图 1 茵陈 TLC 图

1-阴性对照 2-供试品 3-对照药材

2.2 何首乌的鉴别^[3]

取本品 3g,甲醇 50ml 加热回流 2h,滤过。滤液回收甲醇至干,加水 50ml 混悬,混悬液加氯仿提取 2 次,每次 20ml,水溶浓缩为 1ml,作为何首乌供试品溶液。另取何首乌对照药材 1.5g 按上述方法制备,作为对照药材溶液。再取何首乌样品制成空白对照溶液,照薄层色谱法(《中国药典》2002 年版一

部附录 VIB) 试验。吸取上述三种溶液各 10 μ l, 分别点于同一用 0.5% NaOH 溶液制备的硅胶 G 薄层板上, 以甲苯—醋酸乙酯—甲酸(15:1:1)为展开剂, 展开。取出, 晾干, 置氨气中熏后, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的红色斑点, 空白对照品液无此斑点, 见图 2。

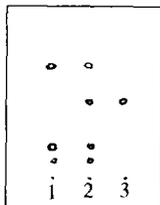


图 2 何首乌 TLC 图

1 - 阴性对照 2 - 供试品 3 - 对照品

2.3 柴胡的鉴别

取本品 5g, 置索氏提取器内, 甲醇回流提取 4h, 回收甲醇, 残渣加水 30ml 溶解, 转入分液漏斗中, 用乙醚提取 2 次(每次 15ml), 再用正丁醇提取 4 次(20ml 2 次, 15ml 2 次), 合并正丁醇溶液, 用 1% NaOH 液洗 3 次(20, 15, 15ml), 再用水洗 2 次(每次 15ml) 将正丁醇液蒸干, 残渣用甲醇 2ml 溶解, 作为供试品溶液。另取柴胡对照药材 1g, 按上述方法制备, 作为对照药材溶液。再取缺柴胡的样品试验。照薄层色谱法(《中国药典》2002 版一部附录 VIB) 试验, 吸取上述三种溶液各 8 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿—甲醇—水(70:30:10)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 对二甲氨基甲醛的 10% 硫酸乙醇溶液, 105 $^{\circ}$ C 加热数分钟, 供试品色谱中, 在与对照药材相应的位置上显相同的粉红色斑点^[4], 空白对照品无此斑点, 见图 3。

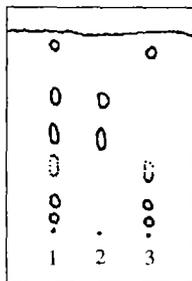


图 3 柴胡 TLC 图

1 - 供试品 2 - 对照药材 3 - 阴性对照

3 丹参素含量测定

3.1 色谱条件与试验

色谱条件: 分析柱 CLC—ODS(150mm \times 6mm) 保护柱, YWGC18(10mm \times 4.6mm); 移动相: 甲醇—醋酸铵(12:88); 检测波长 280nm;

3.2 对照品及供试品溶液制备

3.2.1 对照品溶液制备 精密称取丹参素钠适量, 用 50% 甲醇溶解, 制成每毫升含丹参素钠 0.1mg 的溶液作为对照品溶液。

3.2.2 供试品溶液制备 精密称取样品 2g, 置锥形瓶中, 加水 30ml, 超声振荡 10min, 转入 50ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 滤过, 取作供试品溶液。

3.2.3 阴性对照样品溶液制备 取缺丹参的样品, 按供试品溶液的制备方法, 制成阴性对照品的溶液。

3.3 线性关系考察

按 3.2.1 方法配制对照品溶液, 并稀释成系列溶液 3, 6, 12, 24, 49ml, 用水稀释至 100ml 刻度, 分别量取 10 μ l, 上机测定, 以峰面积(A)对进行样量(X, μ g) 绘制成标准曲线, 得回归方程 $A = 20 + 1.70 \times 150X$, $r = 0.9999$ ($n = 5$), 结果在进样量 0.3 ~ 4.9 μ g \cdot ml⁻¹ 范围内其线性关系良好, 见图 4。

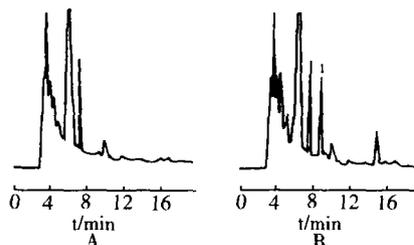


图 4 利肝消脂颗粒中丹参素的 HPLC 色谱图

A - 阴性对照品 B - 供试品 1 - 丹参素

3.4 回收率测定

精密称取本品(批号 2001109, 丹参素含量为 1.60mg/g) 1g, 计 5 份, 精密称取, 分别加入丹参素钠对照品 1.732mg, 照 3.2.2 方法制成待测液, 结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

测定总量 (mg \cdot ml ⁻¹)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
3.30	99.0		
3.38	101.5		
3.35	100.6	99.7	1.3
3.27	98.1		
3.32	99.5		

3.5 样品测定

照 3.2.2 方法取样品 3 批, 按对丹参含量进行测定, 结果见表 2。

表 2 含量测定结果(%)

批号	含量 (mg \cdot ml ⁻¹)	平均含量 (mg \cdot ml ⁻¹)	RSD (%)
20010305	1.8		
20010702	1.2	1.5	0.31
20011109	1.6		

4 讨论

以本品君药丹参作为含量指标,较为合理,且选择丹参素水溶性成分,方法简便,干扰小,分离较佳。

制定生产工艺应考虑到原料含量差异,故选择 >0.1% 作为质控指标。

参考文献:

[1] 中国药物研究所. 中草药现代研究[M]. 北京:北京医大联合

出版社,1996:472.

[2] 王国平,张先平. 益肝康冲剂质量标准研究[J]. 中成药,1997,19(2):12.

[3] 张清波,钱忠植. 春常在口服液质量标准研究[J]. 中成药,1996,18(3):6.

[4] 赵曦,梁生旺. 乙肝康胶囊质量标准研究[J]. 中国中药杂志,1998,23(9):544.

收稿日期:2002-10-23

褶合光谱法测定中胃康胶囊中盐酸小檗碱的含量

刘世军¹, 金文祥², 杨樊辉¹, 赵丽娟¹, 褚志杰¹ (1. 武警山东省总队医院药剂科, 济南 250101; 2. 第二军医大学药学院药分教研室, 上海 200433)

摘要 目的:不经分离直接测定中胃康胶囊中盐酸小檗碱的含量。方法:用 TU-1901 双光束紫外可见分光光度计采集吸收度信息,并通过数据转换将信息转到褶合光谱程序中,并由该程序单组分定量分析系统计算盐酸小檗碱的含量。结果:盐酸小檗碱的平均回收率和 RSD 分别为 100.00%, 0.03%。结论:本方法结果可靠、快速准确,可有效控制本品的质量。

关键词 中胃康胶囊;盐酸小檗碱;褶合光谱法

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2002)06-0350-02

Determination of berberine hydrochloride in Zhongweikang capsules by convolution spectrometry method

LIU Shi-jun¹, JIN Wen-xiang², YANG Fan-hui¹, ZHAO Li-juan¹, CHU Zhi-jie¹ (1. Shandong General Troops Hospital of The Chinese People's Armed Police Forces, Jinan 250101, China; 2. College of Pharmacy, The Second Military Medical University, Shanghai 200433, China)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To determine berberine hydrochloride in Zhongweikang capsules without separation. **METHODS:** The absorption data was measured by the UV-VIS spectrophotometer, the convolution spectrometry method was used to calculate the concentration of berberine hydrochloride after absorption data transformation. **RESULTS:** The average recovery and RSD of berberine hydrochloride were as follows: 100.00% 0.03%. **CONCLUSION:** Convolution spectrometry is reliable, accurate and suitable for the determination of the drug contents in hospital preparations.

KEY WORDS Zhongweikang capsule; berberine hydrochloride; convolution spectrometry method

中胃康胶囊是我院研制生产的用于治疗胃及十二指肠溃疡的制剂,该制剂曾获山东省科技进步二等奖(2000年),其主要成分为黄连、黄芪、延胡索、莱菔等药材提取物及铋、锌等微量元素,黄连为本品中的君药,其主要成分为小檗碱,测定和控制本品中小檗碱的含量对控制本品的质量具有代表性。本文采用褶合光谱法不经分离直接测定小檗碱的含量。

1 材料与方

1.1 仪器和试药

TU-1901 双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)、褶合光谱软件(第二军医大学研制)、盐酸小檗碱(中国药品生物制品鉴定所)、中胃康胶囊(武警山东总队医院、批号 20010621、20011012、20020103)。

1.2 吸收光谱曲线的绘制及稳定性试验

取盐酸小檗碱 40mg,用沸水溶解,放冷并配成