

HPLC 法测定大山楂丸中金丝桃苷的含量

★ 曾平 (江西省胸科医院 南昌 330006)

★ 张文惠* (江西中医学院 南昌 330006)

关键词:大山楂丸;金丝桃苷;高效液相色谱法;含量测定

中图分类号:TQ 460.6 文献标识码:A

大山楂丸收载于现行中国药典(2005年版)^[1],组方为山楂、六神曲及麦芽,具有开胃消食的功能,常用于食积内停所致的食欲不振、消化不良、脘腹胀闷。方中君药山楂主要含有黄酮、有机酸及挥发性化学成份,因中国药典山楂项下只对有机酸总量进行含量测定,未对黄酮类成分进行测定,本文试验用高效液相色谱法测定大山楂丸中的金丝桃苷的含量,进一步提高和完善了本品的质量控制方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 高效液相色谱仪:大连依利特高效液相色谱系统,UV200 紫外可变波长检测器,P11 200 高压恒流泵,HW2000 色谱工作站;电子分析天平($\pm 0.00001\text{g}$ 瑞士梅特勒公司);紫外分光光度计(BECKMAN D650)。

1.2 试剂 大山楂丸(批号:20060517、20060523、20060611)及其阴性对照样品均由江西中医学院药剂教研室制备;金丝桃苷对照品(供含量测定用,批号:1521-200001,购自中国药品生物制品检定所);山楂(市售,产地山东);甲醇、乙腈均为色谱纯;水为超纯水;其它试剂均为分析纯。

2 方法

2.1 色谱条件 色谱柱:DIAMONSIL(TM)(4.6 mm $\times$ 250 mm,5 μm);柱温:38 $^{\circ}\text{C}$;流动相:乙腈-甲醇-0.5%冰醋酸溶液(25:10:65);流速:1.0 mL/min;检测波长:361 nm;理论塔板数按金丝桃苷峰计算应不低于 2 100。

2.2 检测波长的选择 精密称取金丝桃苷对照品适量,用甲醇制成 18 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液,于 200~400 nm 波长范围内测定紫外光谱,由紫外扫描图谱可知,金丝桃苷在 256 nm、361 nm 均有较大吸收,比较色谱峰面积的灵敏度并参照文献^[2],选定检测波长为 361 nm。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取经五氧化二磷减压干燥 24 小时的金丝桃苷对照品适量,加甲醇溶解并稀释成每 1 mL 中含金丝桃苷 12.3 μg 的溶液,即得。

2.4 供试品溶液的制备 取本品 27 g,切碎,混匀,取 3 g,精密称定,置具塞三角烧瓶中,精密加入 70%甲醇 50 mL,密塞,称定重量,超声处理 10 分钟,然后冷浸 6 小时,再超声处理 30 分钟,放冷,用甲醇补足减失重量,摇匀,滤过,取续滤液 25 mL,置水浴上真空浓缩蒸干,残渣加水 25 mL,使溶解,用乙酸乙酯提取 5 次(25、25、10、10、10 mL),合并提取液,置水浴上真空浓缩蒸干,加流动相适量,使溶解,转移至 5 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。

2.5 测定法 照上述色谱条件操作,分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20 μL ,注入高效液相色谱仪,记录色谱图,以外标法一点法计算含量。

2.6 超声提取时间的考察 照上述 2.4 供试品溶液的制备项下的方法操作,分别考察了冷浸后 20、30、40 及 50 分钟的 4 个超声提取时间,结果表明:超声提取时间 30 分钟的供试品溶液的峰面积不再增加,故确定超声时间为 30 分钟。

2.7 阴性干扰的考察 取缺山楂的阴性对照样品 3 g,照上述 2.4 供试品溶液的制备项下的方法操作,制备阴性供试品溶液,照上述色谱条件操作,分别精密吸取对照品溶液和阴性供试品溶液各 20 μL ,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。结果表明,在与金丝桃苷对照品峰相应位置上,无干扰峰出现,说明处方中其它药味及辅料对金丝桃苷测定无干扰。

2.8 线性关系的考察 在上述色谱条件下,精密量取上述金丝桃苷对照品 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 及

* 通讯作者:教授,研究方向:药物分析;E-mail:Zhangwhz@sohu.com

寒咳颗粒喷雾干燥工艺研究

★ 余银芳 李诒光 熊艳霞 (江中药业股份有限公司技术中心 南昌 330096)

摘要:目的:选择寒咳颗粒喷雾干燥的最佳工艺条件。方法:应用正交试验法,以每小时药粉产量为考察指标,对影响寒咳颗粒喷雾干燥过程的因素进行考察;采用高效液相色谱法,对原工艺和新工艺制备的寒咳颗粒的有效成分进行测定。结果:正交设计的三个因素中,液状浸膏的相对密度和进风温度影响显著。结论:最佳工艺条件为进风温度为 170℃,出风温度为 85℃,液状浸膏相对密度为 1.08(50℃);采用喷雾干燥工艺生产的寒咳颗粒有效成分中盐酸麻黄碱的含量明显高于原寒咳颗粒。

关键词:寒咳颗粒;喷雾干燥;盐酸麻黄碱

中图分类号:TQ 110.6 **文献标识码:**A

寒咳颗粒是由麻黄、细辛、紫菀等药材组成的复方中药,具有祛风散寒,宣肺止咳的作用。寒咳颗粒原工艺是将中药液状浸膏直接作粘合剂喷入到适量辅料中,进行一步制粒而成。此工艺在工业化大生产中出现了诸多问题:(1)中药液状浸膏量大,辅料量少,在一步制粒过程中,颗粒容易结团,造成塌锅

现象。(2)中药液状浸膏容易滋生细菌,不适于运输、贮存。针对以上问题,我们对寒咳颗粒中的中药液状浸膏进行喷雾干燥试验,制成细粉后,再与适量辅料进行一步制粒。经多次试验结果证实,本工艺安全可靠,制备的产品稳定性好,适合工业化大生产。针对喷雾干燥技术在应用过程中,容易出现粘

10 mL 分别置 10 mL 量瓶中,用上述流动相稀释至刻度,摇匀,分别精密吸取 20 μ L,注入液相色谱仪,记录色谱图,以金丝桃苷进样量为横坐标、峰面积为纵坐标,拟合标准曲线,回归方程为: $A = 4.923 \times 10^5 X - 3788$, $r = 0.9997$,线性范围:0.0246~0.246 μ g。

2.9 精密度试验 取对照品溶液重复进样 6 次,测定金丝桃苷色谱峰面积,结果 RSD 为 0.87% ($n = 6$)。

2.10 稳定性试验 将样品溶液在室温下放置,于 0、2、4、6、8、12、24 小时测定,结果样品溶液在 24 小时内稳定,RSD 为 1.36% ($n = 7$)。

2.11 重复性试验 取同一批号样品(20060517)共 6 份,照上述测定方法分别测定含量,结果测得金丝桃苷的平均含量为 37.41 μ g/粒,RSD 为 1.82% ($n = 6$)。

2.12 加样回收率试验 精密取已知含量的本品 1.5 g,共 6 份,精密称定,分别精密加入相当于取样量中金丝桃苷含量 80%、100% 及 120% 的金丝桃苷对照品,每份重复 3 次,混匀,照上述方法测定含量,结果平均加样回收率 98.76%,RSD 为 1.36% ($n = 6$)。

2.13 样品含量测定 按上述含量测定法分别测定了 3 批共 9 个样品,平均含量为 37.26 μ g/粒,RSD 为 2.6% ($n = 9$),结果见表 1。

表 1 大山楂丸中金丝桃苷的含量测定结果

批号	每批平均含量 / μ g·粒 ⁻¹ , $n = 3$	总平均含量 / μ g·粒 ⁻¹ , $n = 9$	RSD(%)
20060517	36.33		
20060523	38.27	37.26	2.6
20060611	37.19		

4 讨论

实验中曾使用甲醇-0.36%磷酸(40:60)和文献流动相[2,3],结果表明分离度较差,不适合本品的测定。

实验中比较了超声、热回流及索氏等提取方法,结果表明超声提取方法所含的杂质较少,但是需要采用预先超声处理 10 分钟,然后冷浸 6 小时,再超声处理 30 分钟的方法才能提取完全并具有良好的重复性。

药理试验表明山楂既具有消食化积、散瘀止痛的功能,同时又有强心、降压的作用,主要是基于山楂中含有的有机酸和黄酮类的有效成分,本试验为山楂及其制剂的全面质量控制提供了分析方法。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京:化学工业出版社,2005. 355
- [2] 李月,程岚,康廷国. 高效液相色谱法测定山楂叶提取物中金丝桃苷的含量[J]. 时珍国医国药,2006,17(3):372~373
- [3] 李标,张锴,曹文丁,等. 高效液相色谱法测定山楂叶中金丝桃苷的含量[J]. 中国药业,2003,12(12):37~38

(收稿日期:2007-03-29)