

益心酮泡腾片中金丝桃苷的含量测定

★ 张爱均 李峰 (山东中医药大学 济南 250014)

摘要:目的:测定益心酮泡腾片中金丝桃苷的含量,制定益心酮泡腾片的质量标准。方法:采用 HPLC 法测定益心酮泡腾片制剂中的金丝桃苷。结果:金丝桃苷在 4.96~44.64 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度范围内线性关系良好,精密度高,稳定性好,平均回收率为 99.05%。结论:所研究的方法能较好的测出益心酮泡腾片中金丝桃苷的含量并可用以有效控制益心酮泡腾片的质量。

关键词:益心酮泡腾片;金丝桃苷;高效液相色谱法;含量测定

中图分类号:R 284.1 **文献标识码:**B

本品来源于《中国药典》2005 版,原剂型为益心酮片,属于单方制剂,制法明确。益心酮泡腾片是从山楂叶中经现代高科技制药技术提炼而得到的纯天然中药制剂。中医学认为山楂具有活血化瘀、行气止痛之功效,用其治疗多种疾患历史悠久,其主要成份为山楂叶总黄酮。本品对心脑血管疾病具有广泛确切的治疗作用。

益心酮片的质量标准中采用比色法测定总黄酮的含量,方法精密度不高;又因金丝桃苷是总黄酮类的主要有效成分,具有降血脂作用,用于治疗胸闷憋气、心悸健忘、眩晕耳鸣及冠心病心绞痛、高脂血症、脑动脉供血不足等症,为确保制剂质量,采用高效液相色谱法测定其中金丝桃苷的含量,可用于控制益心酮制剂的质量控制。

1 实验仪器与试药^[2,3]

现一次电针对神经痛大鼠具有显著的即刻镇痛作用,痛敏分数在 30 分钟内呈持续上升,30 分钟是一个高峰,30~60 分钟进入平台,分数小幅下降,60 分钟后痛敏分数开始下降;并且电针具有累积效应,约电针开始后 3 周,痛敏分数绝对值变化有显著改变。

洛芬待因是复方制剂,其组份为:每片含布洛芬 200 mg 和磷酸可待因 12.5 mg。适用于中等强度疼痛止痛,起效快、作用强、疗效确切,口服用药,可有轻微不良反应,如恶心、乏力、多汗、便秘。针灸不是去直接治疗病人的疾病,而是把针刺作为一种人为的外因刺激手段,通过患者自身调整达到恢复机体的平衡,间接地依靠病人自身来治疗自己的疾病,

1.1 实验仪器 Agilent 1100 高效液相色谱仪;紫外分光光度计(岛津 UV-2401);Phenomenex LunaC18 色谱柱(250×4.60 mm,5 μm);电子分析天平(瑞士梅特勒公司)。

1.2 试剂与试药 四氢呋喃、甲醇、乙腈均为色谱纯(天津市四友生物医学技术有限公司);水为超纯水;其它试剂均为分析纯。益心酮泡腾片供试品(本实验室自己制备,批号:20060313、20060314、20060315)。金丝桃苷对照品(中国药品生物制品检定所提供),含量测定用批号:110753-200212,五氧化二磷减压干燥 24 小时备用。

2 金丝桃苷的含量测定

2.1 色谱条件 色谱柱:Phenomenex LunaC₁₈(250×4.60 mm,5 μm);流动相:四氢呋喃-甲醇-乙腈-0.5%冰醋酸(19.4:1:1:78.6)为流动相;检测器:UV

在镇痛方面安全、快速高效、易于操作,不涉及重要脏器,疗效佳、无药物类毒副作用。

参考文献

- [1]赵京生.针灸经典理论阐释[M].上海:上海中医药大学出版社,2003:112-118.
- [2]王文远.平衡针灸学最新理论研究[J].中国平衡针灸平衡医学杂志,2001,(1):31.
- [3]解桔萍,李晓泓.针灸预处理的作用规律及机理研究[J].中华中医药学刊,2007,2(25):398-402.
- [4]赵晏.针灸经络的外周神经生物学机理探讨[J].针刺研究,2006,6(31):329.
- [5]杨向红.电针对大鼠神经痛痛敏分数的影响[J].针刺研究,2002,1(27):60-63.

(收稿日期:2007-09-05)

检测器;波长:363 nm;柱温:25 ℃;理论塔板数按金丝桃苷峰计算应不低于2000。

2.2 检测波长的选择 精密称取金丝桃苷对照品适量,用50%乙醇稀释至25 μg/ml,于200~400 nm波长范围内紫外扫描,由紫外扫描图谱可知,金丝桃苷在256、363 nm均有较大吸收,本实验选取检测波长为363 nm。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取金丝桃苷对照品适量,加50%乙醇溶解并稀释成每1 ml中含金丝桃苷25 μg的溶液,即得。

2.4 超声提取时间的考察 精密称取益心酮泡腾片细粉(批号:20060313)4份,每份约5 g,至50 ml量瓶中,各精密加50%乙醇40 ml,分别考察四个超声提取时间:10、20、30、40分钟制得的供试品中金丝桃苷的含量结果表明:超声提取30分钟含量不再增加,故确定超声时间为30分钟。

2.5 供试品溶液的制备 取本品20片,研细,取0.5 g,精密称定,置50 ml量瓶中,加50%乙醇40 ml,超声处理30分钟,放冷,用50%乙醇稀释至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。

2.6 系统适用性试验及阴性干扰的考察 在上述色谱条件下,分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各20 μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。结果表明,供试品中金丝桃苷分离度好,达到基线分离,且保留时间适中。

取阴性样品适量(缺山楂叶提取物的阴性样品),加50%乙醇溶解制成阴性对照溶液。在上述色谱条件下,精密吸取阴性对照溶液20 μl,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。

2.7 线性关系的考察 在上述色谱条件下,精密称取金丝桃苷对照品约12.4 mg,精密称定,置50 ml的量瓶中,加50%乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取1.0、3.0、5.0、7.0、9.0 ml分别置50 ml量瓶中,加50%乙醇稀释至刻度,摇匀,分别精密吸取20 μl,注入液相色谱仪,记录色谱图,以浓度为横坐标、峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,结果回归方程:峰面积 = $35\,160 \times C + 27\,972$,注:浓度单位为(μg/ml),相关系数: $R = 0.999\,5$,结果表明:在4.96~44.64 μg/ml范围内,金丝桃苷的峰面积与浓度有良好的线性关系。

2.8 精密度考察 在上述色谱条件下,分别精密吸

取金丝桃苷对照品溶液(24.80 μg/ml)及供试品溶液(批号:20060313)各20 μl,注入液相色谱仪,重复测定6次,记录色谱图,分别计算对照品溶液和供试品溶液中金丝桃苷峰面积的相对标准偏差,结果分别为0.86%和1.16%。结果表明:精密度试验结果良好。

2.9 稳定性试验 上述色谱条件下,精密吸取供试品溶液(批号:20060313)20 μl,分别于0、2、4、6、8小时注入液相色谱仪,记录峰面积,计算峰面积的相对标准偏差,结果RSD为1.43%,结果表明:供试品中金丝桃苷在8小时内测定结果稳定。

2.10 重复性试验 取益心酮泡腾片样品(批号:20060313)5份,研细,测定益心酮泡腾片每片中金丝桃苷的含量,计算益心酮泡腾片每片中金丝桃苷含量的相对标准偏差,结果平均含量为0.872 mg/片, $RSD = 1.56(n = 5)$ 。

2.11 回收率试验 取已知金丝桃苷含量的益心酮泡腾片(批号20060313,含量为1.746 mg/g,0.873 mg/片)约0.25 g,精密称定,共取5份,分别加入一定量的对照品,按金丝桃苷含量测定方法测定,计算回收率,结果平均加样回收率为99.05%,RSD为1.04%。益心酮泡腾片的金丝桃苷的含量回收率试验结果良好。

2.12 样品测定 取三批益心酮泡腾片(批号为20060313、20060314、20060315),照上述含量测定方法,测定益心酮泡腾片金丝桃苷的含量,结果见表1。

表1 益心酮泡腾片金丝桃苷含量测定结果 /mg·片⁻¹

批号	20060313	20060314	20060315
金丝桃苷含量	0.876	0.871	0.872

3 小结

样品中金丝桃苷含量在4.96~44.64 μg/ml浓度范围线性关系良好。且通过精密度、稳定性、加样回收实验证明应用此法能较好的测定金丝桃苷的含量,但由于时间和实验水平所限,益心酮泡腾片质量标准研究的稳定性实验等研究尚有待进一步完成。

参考文献

- [1]胡大一.重视胆固醇教育:警惕中国心脑血管疾病的第二次浪潮[J].临床荟萃,2006,21(2):77-78.
- [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,张谱,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:2007-03-06)