

HPLC 法测定蛇胆陈皮胶囊中橙皮苷的含量

★ 敖辉 涂海龙 (江西药都樟树制药有限公司 樟树 331200)

关键词:蛇胆陈皮胶囊;HPLC 法;橙皮苷;含量

中图分类号:R 284.1 文献标识码:B

蛇胆陈皮胶囊由蛇胆汁、陈皮(蒸)两味药组成。现采用高效液相色谱法对制剂中的橙皮苷进行了定量控制,方法简便、灵敏,可作为控制和考察本品内在质量的方法。

1 仪器与试药

岛津 LC-10ADvp 溶剂输送泵,SPD-10Avp 检测器,CTO-10Asvp 柱温箱,Phenomenex 4.6 × 250 mm 色谱柱,Startorius 电子天平;色谱纯甲醇,其它试剂均为分析纯;橙皮苷对照品(中国药品生物制品检定所提供,编号为 0721-200010)。其他试剂均为分析纯,蛇胆陈皮胶囊由江西药都樟树制药有限公司提供。

2 方法和结果

2.1 色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,甲醇-0.1% 磷酸溶液(40:60)为流动相,流速 0.7 ml/min,检测波长为 283 nm,柱温 35 ℃。照此条件分析,橙皮苷对照品和制剂中的其它组分均能达到基线分离,且分离度均大于 1.5,理论板数按橙皮苷峰计算均大于 3 000。

2.2 波长选择 取橙皮苷对照品的 50% 甲醇溶液,置 UV-8500 紫外仪中扫描,结果橙皮苷在 283 nm 处有一吸收峰,结合《中国药典》2005 年版一部陈皮药材[含量测定]项下的检测波长也为 283 nm,故选择 283 nm 为检测波长。

2.3 流动相的选择 根据《中国药典》2005 年版一部陈皮药材[含量测定]项下的流动相体系为甲醇-醋酸-水,结合实验,以甲醇-醋酸-水(35:4:61)为流动相体系,橙皮苷峰形不是很理想,在流动相中适量加磷酸后(将醋酸-水换为 0.1% 磷酸溶液),橙皮苷与其它组分分离完全,峰形有所改善,结果满意。

2.4 对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品 15 mg,

精密称定,置 100 ml 量瓶中,加甲醇使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2 ml,置 10 ml 量瓶中,加 50% 甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,即得。

2.5 供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品,混匀,取约 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 ml,称定重量,超声处理 40 分钟,取出,放冷,再称重,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取精密量取续滤液 25 ml,蒸至约 5 ml,通过已处理的 D101 大孔吸附树脂(内径 1.5 cm,长 20 cm),先以水 100 ml 洗脱,弃去水液,再用乙醇 100 ml 洗脱,收集乙醇洗脱液,蒸干,残渣加 50% 甲醇溶液使溶解,并定量转移至 25 ml 的量瓶中,加 50% 甲醇溶液至刻度,摇匀,滤过,即得。

又试验过程中,对比了乙醇洗脱量对样品含量测定结果的影响,结果表明,洗脱用乙醇的量为 100 ml 时,样品中的橙皮苷便可充分提出,故确定乙醇的用量为 100 ml。

2.6 空白试验 按处方取不含陈皮的其它药味,依制法制成阴性样品,再依供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液,按正文方法测定,结果阴性样品溶液不含橙皮苷,表明阴性对照对本法无干扰。

2.7 线性关系的考察 精密称取在橙皮苷对照品 14.8 mg,置 100 ml 量瓶中,加甲醇使溶解,并稀释至刻度,摇匀(148 μg/ml),再分别精密吸取适量,用 50% 甲醇溶液稀释成不同浓度的对照品溶液:14.8、29.6、44.4、59.2、74 μg/ml。分别精密吸取上述不同浓度的对照品溶液各 20 μl,按正文中色谱条件分析,测定峰面积。

以峰面积积分值为纵坐标,橙皮苷的量为横坐标绘制标准曲线,计算得回归方程: $Y = 5\,010\,803X + 10\,515$, $r = 0.999\,9$ 。表明橙皮苷在 0.296 ~ 1.48

抗肝纤胶囊的薄层色谱鉴别

★ 邹浪 张文然 黄晓巧 (江西中医学院附属医院 南昌 330006)

关键词:抗肝纤胶囊;薄层色谱法;质量标准

中图分类号:R 284.1 文献标识码:B

抗肝纤胶囊是我院自制的纯中药制剂,由黄芪、黄精、片姜黄、山楂、白术、紫河车等中药制成,具化瘀散结,解毒护肝之功效,用于治疗慢性肝炎(肝纤维化),临床疗效确切。为了控制其质量,本文采用薄层色谱法对方中的主要药物黄芪、姜黄、山楂、白术进行定性鉴别,获得较满意的结果。

1 仪器与药物

1.1 仪器

紫外线分析仪(上海康华生化仪器制造厂);层析缸,玻璃板(5 cm×10 cm)。

μg 范围内具有良好线性关系。

2.8 稳定性试验 取本品(批号:20080301),依供试品溶液制备方法制成供试品溶液,精密吸取此供试品溶液 20 μl,依色谱条件分析,测定峰面积,每隔一定时间进样测定一次,在放置 8 小时内,峰面积基本一致。表明橙皮苷的 50% 甲醇溶液在放置 8 小时内稳定。

2.9 精密度试验 精密吸取橙皮苷对照品溶液(29.6 μg/ml)20 μl,重复进样 5 次,测定峰面积,橙皮苷峰面积积分值的相对标准偏差小于 2%,表明此法精密度良好。

2.10 重复性试验 分别取同一批蛇胆陈皮胶囊样品(批号 20080301)5 份,按正文中含量测定项下方法试验,测定橙皮苷的含量。样品中橙皮苷含量的相对标准偏差为 1.13%,表明此法重现性良好。

2.11 加样回收试验 采用加样回收法。取同一批已知含量的蛇胆陈皮胶囊(批号:20080301,含量 4.3 mg/g)精密称取样品 0.25 g 各 5 份,分别定量加入橙皮苷对照品适量,按正文中含量测定项下方法测定橙皮苷的含量。平均回收率为 98.9%,RSD (%) 为 1.96,表明此法回收率良好。

1.2 药物与试剂

硅胶 G(青岛海洋化工厂);抗肝纤胶囊(医院自制);黄芪甲苷(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 黄芪的鉴别

2.1.1 对照品溶液的制备 精密称取黄芪甲苷 3.9 mg 加甲醇 5 ml,配制成 0.78 mg/ml 的标准品对照溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 称取抗肝纤胶囊内容

2.12 样品含量测定及限量规定 取本品 5 批,依法测定橙皮苷含量,结果见表 1。

表 3 5 批蛇胆陈皮胶囊样品含量测定结果

批号	橙皮苷含量/mg·g ⁻¹
20070501	2.9
20070602	2.5
20071201	3.8
20080201	3.1
20080301	4.3

由于不同产地及来源的陈皮中橙皮苷的含量有高低,结合以上 5 批样品中橙皮苷的含量测定结果,暂将本品中橙皮苷(C₂₈H₃₄O₁₅)的含量定为每克不得低于 2.5 mg,即每粒(0.3 g)不得低于 0.75 mg。

3 结论

蛇胆陈皮胶囊是由蛇胆汁、陈皮(蒸)两味药组成,因方中蛇胆汁处方量小,其中成份牛磺胆酸钠含量也小;而陈皮(蒸)主含橙皮苷,故采用高效液相色谱法对橙皮苷作了含量控制,方法简便、灵敏、专属性强,可以作为控制本品质量的方法。

(收稿日期:2008-07-23)