

高效液相色谱法测定跳骨片中土的宁的含量

★ 尧享华 赖娟华 朱红 (江西省药物研究所 南昌 330029)

关键词:跳骨片;土的宁;高效液相色谱法

中图分类号:R 284.1 文献标识码:B

跳骨片载于《中华人民共和国卫生部标准·中药成方制剂(第十七册)》,由马钱子(制)、骨碎补(炒)等二十味中药组成,功能消肿定痛、活血舒筋、促进骨痂生长。用于骨折、脱臼、新久伤痛。其中马钱子通络散结、消肿定痛为方中主药^[1]。跳骨片标准是用薄层扫描法来测定土的宁含量。考虑到该方法测定误差较大,为了更好地控制本品的质量,我们改用高效液相色谱法来测定,经方法学考察,结果表明本方法准确可行。现将结果报道如下。

1 实验材料

1.1 仪器 大连依利特高效液相色谱系统;梅特勒-托利多电子天平 AE100(精度为 0.0001g)、PB 203-N(精度为 0.001g)及 M3(精度为 0.001mg),PERKIN ELMER Lambda12 型紫外吸收光谱仪。

1.2 试药 土的宁对照品购于中国药品生物制品检定所,供含量测定用,以 97% 计,批号:050401、050501、050502;跳骨片:福州屏山制药有限公司生产;乙腈-甲醇、庚烷磺酸钠为色谱纯,水为重蒸馏水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:Dikma kromasil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-0.01mol/L 庚烷磺酸钠溶液与 0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液的等量混合液(10%磷酸调 pH=2.8)=20.5:79.5;检测波长为 254 nm,流速为 1.0 ml/min,进样量为 10 μl,柱温为 30 ℃。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取土的宁对照品适量,加甲醇制成每 1 ml 含 35 μg 的溶液即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品适量,研细,混匀,取约 3 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,再精密加入氯

仿 50 ml 与浓氨试液 2 ml,密塞,轻轻摇匀,称重,于室温放置 24 h,再称重,用氯仿补足减失的重量,充分振摇,滤过,精密量取续滤液 20 ml,用硫酸溶液(3→100)提取 5 次,每次 10 ml,合并硫酸液,加浓氨试液使呈碱性(pH 为 9~10),再用氯仿提取 5 次,每次 20 ml,合并氯仿液,蒸干,放冷,残渣加甲醇使溶解,定量移入 10 ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.4 阴性对照溶液的制备 按处方称取缺马钱子的 19 味药材,按制法制成阴性样品,再按供试品溶液制备方法制备,即得。

2.5 系统适用性试验 分别取土的宁对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液注入液相色谱仪中,按上述色谱条件测定。结果在与土的宁对照品色谱峰相应的位置上,供试品溶液色谱中有相应的色谱峰出现,保留时间在 20 min 左右,而阴性对照液在此处无色谱峰,表明阴性无干扰。土的宁峰在上述色谱条件下与其它组分分离较好,表明本方法专属性强。

2.6 线性关系的考察 精密称取对照品(纯度为 97%)5.287 mg 于 25 ml 量瓶中,加甲醇使溶解并稀释至刻度,摇匀,分别从中精密吸取 0.2、1、2、3、6 ml 置 10 ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,再分别精密吸取 10 μl 注入液相色谱仪,测定,以峰面积积分值为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。结果表明,土的宁对照品在进样浓度为 4.103~123.081 μg/ml 范围内与峰面积积分值呈良好的线性关系,回归方程为 $Y = 11\,593.603X + 387.510$, $r = 0.999\,92$ ($n = 5$)。

2.7 精密度实验 精密吸取同一对照品溶液 10 μl,注入液相色谱仪,连续测定 6 次,记录峰面积,

杞菊地黄糖浆的薄层鉴别

★ 陈杰¹ 李诒光² 王超群³ (1. 江西中医学院中药系 南昌 330006; 2. 江中药业股份有限公司 南昌 330077; 3. 江西中医学院 2003 级硕士研究生 南昌 330006)

关键词:杞菊地黄糖浆;菊花;山茱萸;泽泻;牡丹皮;薄层色谱
中图分类号:R 284.2 文献标识码:B

杞菊地黄糖浆是由杞菊地黄口服液改制的新剂型,功能滋肾养肝,用于肝肾阴虚引起的眩晕耳鸣、羞明畏光、视物昏花。杞菊地黄口服液的质量控制仅限于一个化学反应鉴别和芍药苷的含量测定,不能有效控制制剂的质量。因此,我们对糖浆的质量标准进行了提高研究,对制剂中牡丹皮、山茱萸、泽泻和菊花建立了薄层鉴别,能有效控制制剂的质量。

1 实验材料

硅胶 G 预制板(批号:20020822,青岛海洋化工厂分厂),聚酰胺(柱层析用,批号:990302,中国医药集团上海化学试剂公司),聚酰胺薄膜(薄层层析用,批号:20020608,浙江台州路桥四甲生化塑料厂),试剂均为分析纯。丹皮酚对照品(批号:0708-9704)、泽泻对照药材(批号:21081-200302)购自中国药品

生物制品检定所;山茱萸和菊花对照药材自制;杞菊地黄糖浆(自制,批号:0301001、0301002、0301003)。

2 方法与结果

2.1 牡丹皮的鉴别

2.1.1 供试品的制备 取本品 20 ml,加醋酸乙酯振摇提取 2 次,每次 20 ml,分取醋酸乙酯液,合并,低温蒸干,残渣加醋酸乙酯 1 ml 溶解,作为供试品溶液。

2.1.2 对照品的制备 取丹皮酚对照品适量,加甲醇溶解成每 1 ml 含 0.1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.1.3 缺牡丹皮阴性对照品的制备 取按处方(不含牡丹皮)制备的阴性糖浆,同“2.1.1”供试品的制备,作为阴性对照品溶液。

3 讨论

3.1 检测波长的确定 取士的宁对照品适量,加甲醇溶解制成对照品溶液,于 200~400 nm 波长范围内进行紫外扫描,结果表明对照品溶液在 254 nm 波长处有最大吸收,故确定检测波长为 254 nm。

3.2 流动相的选择 我们比较了以下两种流动相:(1)乙腈-0.01 mol/L 庚烷磺酸钠液与 0.02 mol/L 磷酸二氢钾液的等量混合液(10%磷酸调 pH=2.8)=21:79;(2)乙腈-0.01 mol/L 庚烷磺酸钠液与 0.02 mol/L 磷酸二氢钾液的等量混合液(10%磷酸调 pH=2.8)=20.5:79.5。结果发现前者对照品主峰未下基线,且与杂质峰分不开,而换用流动相(2)后发现对照品主峰能下基线,且分离度较好。

参考文献

[1]《中药辞海》编写组. 中药辞海(第三卷)[M]. 北京:中国医药科技出版社出版,1997:168.

(收稿日期:2007-03-27)

RSD 为 0.31%。结果表明该方法精密度良好。

2.8 溶液稳定性实验 取同一供试品溶液于 0、2、4、6、8 h 分别测定,记录峰面积,结果 RSD 为 0.84%,表明样品溶液在 8 h 内稳定。

2.9 重复性实验 分别取同一批供试样品 5 份,同法制备,测定,结果 RSD 为 1.37%。

2.10 回收率实验 精密称取已知含量的供试品共 5 份,分别加入士的宁对照品适量,照 2.3 供试品溶液制备方法操作,测定平均回收率为 99.15%,RSD 为 1.36% ($n=5$)。

2.11 样品测定 照 2.3 供试品溶液制备方法制备供试品溶液,依法测定 3 批跳骨片,结果见表 1。

表 2 样品含量测定结果

样品	士的宁含量/mg·粒 ⁻¹
050401	0.091
050501	0.086
050502	0.083