

梓醇及咽喉康口服液中梓醇 的热稳定性研究

李康清 崔亚玲 李 杰 张 虹 (河南省肿瘤研究所 郑州 450003)
刘亚平 (河南省焦作市第二人民医院 焦作 454100)
刘仁天 (河南省新乡药材采购供应站 新乡 453000)

摘要 用 HPLC 对不同温度下处理的梓醇及地黄复方制剂中梓醇的变化情况进行了检测。100℃ 高温长时间加热对梓醇有一定影响;在 37℃ 存放 3 个月与未存放制剂中梓醇含量无显著性差异。

关键词 梓醇 稳定性 HPLC 地黄

Study on Heat-stability of Catalpol in Yanhoukang Oral Liquid

Li Kangqing, Cui Yaling, Li Jie, Zhang Hong
(Henan Tumor Institute, Zhengzhou, 450003)

Liu Yaping (Jiaozuo Second people's Hospital in Henan, Jiaozuo, 454100)

Liu Rentian (Chinese Crude Drugs Purchasing Station of Xinxiang, Xinxiang, 453000)

Abstract: Catalpol stability and change of its content in Yanhoukang oral liquid (a preparation containing *Rehmannia glutinosa*) were detected by HPLC, following treatment with heating at different temperatures. The results showed that catalpol stability and its content were affected by heating for four at 100℃, but not at 37℃ for three months.

Key words: catalpol, stability, HPLC, *Rehmannia Glutinosa* Libosch

梓醇是环烯醚萜甙化合物,是地黄中的主要成份,尤其在鲜地黄中,含量最高可达 4.92%,但在干地黄中含量最高为 0.81%^[1],熟地黄中仅为 0.04%(g/g)。梓醇究竟受什么影响而发生变化呢?它在中药制剂中是否稳定呢?针对这一情况,我们参照文献^[2,3]方法,建立了 HPLC 定量检测中药复方制剂中梓醇的方法(另文报导),并以此方

法对不同温度、不同存放时间的梓醇及咽喉康口服液中的梓醇情况进行了实验研究。

1 仪器与色谱实验条件

HPLC,美国惠普 HP1090M;DAD 检测器;ODS 柱,4.6mm×150mm;柱温 38℃;检测波长 $\lambda=210\text{nm}$,流速 1.2ml/min;流动相:水-乙腈(96:4)。

2 药品与试剂

梓醇对照品,购自中国药品生物制品检定所。咽喉康口服液,临床用制剂,河南省肿瘤研究所研制。乙腈,色谱纯;甲醇,分析纯;双蒸水。

3 方法与结果

3.1 加热对梓醇及咽喉康口服液中梓醇的影响 精密称取梓醇对照品 26.85mg,置 25ml 容量瓶中,加双蒸水至刻度,摇匀,精密吸取 7 份,每份 2ml。1 份不加热作为对照溶液,另 6 份分别加双蒸水适量,置电炉上加热,3 份加热 2 小时,另 3 份加热 4 小时,取

下,放至室温,7 份均以 5ml 容量瓶定容,未加热样品梓醇浓度为 0.4296mg/ml,进样检测。另取新制备出的咽喉康口服液 9 份,每份 5ml,各加甲醇 15ml,边加边振摇,放置片刻,滤除沉淀,用少量 75% 甲醇洗沉淀,水浴挥去甲醇,5ml 容量瓶定容,以双蒸水调至刻度。其中 3 份不加热,做为制剂对照样品,另 6 份加适量双蒸水,3 份加热 2 小时,三份加热 4 小时,取下,放至室温,5ml 容量瓶定容,进样检测。检测结果见表 1。

表 1 不同加热时间对梓醇及咽喉康口服液中梓醇的影响

样品	加热时间(h)	检测量(mg/ml)			$\bar{x} \pm s$	损耗%
梓醇	2	0.4266	0.4238	0.4259	0.4254 ± 0.0014	0.97
梓醇	4	0.3968	0.3914	0.3879	0.3920 ± 0.0045	8.75
咽喉康口服液	0	0.9976	1.0218	0.9895	1.0030 ± 0.0168	
咽喉康口服液	2	0.9875	0.9784	1.0198	0.9952 ± 0.0218	0.77
咽喉康口服液	4	0.9086	0.9304	0.9246	0.9214 ± 0.0115	8.16

表 2 不同温度不同放置时间对咽喉康口服液中梓醇的影响

编号	温度	时间(月)	检测量 mg/ml			$\bar{x} \pm s$
1	未放置制剂	0	1.354	1.367	1.336	1.353 ± 0.016
2	37℃	1	1.359	1.347	1.367	1.358 ± 0.010
3	37℃	2	1.319	1.343	1.351	1.338 ± 0.017
4	37℃	3	1.349	1.357	1.328	1.345 ± 0.015
5	4℃	1	1.298	1.278	1.296	$1.291 \pm 0.011^*$
6	4℃	2	1.256	1.284	1.268	$1.269 \pm 0.014^*$
7	4℃	3	1.308	1.278	1.295	$1.293 \pm 0.015^*$

注:与未放置制剂比较 * $P < 0.01$

结果表明,2 小时左右的加热对梓醇影响不大,4 小时加热则使制剂中梓醇受到一定的损失。

3.2 温度及放置时间对咽喉康口服液中梓醇的影响 取同一批号口服液分别于 37℃、4℃ 存放,在 1 个月、2 个月和 3 个月时各检

测一次,分别与未存放制剂中梓醇的检测量比较,观察其变化情况。

检测样品制备方法:精密吸取咽喉康口服液 5ml,加甲醇 15ml(75% 甲醇),边加边振摇,放置片刻,滤除沉淀,用少量 75% 甲醇洗沉淀,水浴挥去甲醇,5ml 容量瓶加双蒸水定

容,进样检测,结果见表2。

4 讨论

梓醇做为中药复方中定量检测成分,其稳定性研究还未见报导。我们的实验结果表明在37℃存放的咽喉康口服液中梓醇的含量在所考察的时间内无明显变化,与未放置制剂中梓醇含量相比,无任何差异,而在4℃存放的制剂则具显著差异。提示制剂在室温贮存即可。4℃存放制剂在经过剧烈振摇后再进行实验及检测,其检测量有一定提高。表明,4℃存放制剂中梓醇含量的下降可能是由于梓醇沉淀或微粒吸附造成。由于梓醇在水

中有良好的溶解性,故经过振摇,可使其重新部分溶出。上述样品放置1、2、3个月结果相似,表明放置时间与梓醇变化无关。梓醇对100℃高温稳定性较差,在加热2小时后梓醇则开始被破坏。因此在制剂生产过程中应尽量减少加热时间,避免不必要的损失。影响梓醇含量的其他原因有待进一步研究。

参考文献

- [1]刘根成、都恒青、梁力. 中草药 1992;23(2):71
- [2]O sticher et al. *Planta Medica*, 1978;(3):395
- [3]大盐春治等,厚生科学研究 1987;(2):1

(收稿:96-01-19)