

益肝膏质量标准的研究

李琰*, 傅欣彤

(北京市药品检验所, 北京 100035)

[摘要] 目的:建立了益肝膏的含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法测定淫羊藿中淫羊藿苷^[1]的含量。结果:薄层色谱斑点清晰,重复性好,淫羊藿苷在 0.020 06~0.802 4 μg 线性关系良好,平均回收率为 100.2%,RSD 1.4%。结论:方法简便易行,重复性好。

[关键词] 益肝膏; 高效液相色谱; 淫羊藿苷

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)18-0115-03

Study on Quality Standard of Yigangao

Li Yan*, FU Xin-tong

(Beijing Institute for Drug Control, Beijing 100035, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the method for content determination of Yigangao. **Method:** HPLC was used to determine the content of icariin. **Result:** The spots were clear on TLC, and icariin was linear in the range of 0.020 06-0.802 4 μg. The average recovery was 100.25%, with RSD of 1.4%. **Conclusion:** The method established is simple and feasible with good reproducibility.

[Key words] Yigangao; HPLC; icariin

益肝膏收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第八册,原标准规定了淫羊藿的鉴别项,但由于样品含蜜量较高,前处理简单,造成点样困难。现对益肝膏的质量标准重新进行了提高、完善,增加了薄层鉴别和含量测定,以更好的控制药品质量。

1 材料

1.1 仪器 岛津 LC-20A 高效液相色谱仪,硅胶 G 预制薄层板(烟台化工研究所),乙腈(色谱纯),其他试剂均为分析纯。淫羊藿苷对照品(批号 110737-200414)、芍药苷对照品(批号 110736-200526)、黄芪甲苷对照品(批号 0781-200109)、均购自中国药品生物制品检定所。

1.2 试样 益肝膏(北京同仁堂股份有限公司,批号 4133834,6138061,9133449)。

2 含量测定

2.1 色谱条件与系统适用性 用十八烷基硅烷键

合硅胶为填充剂,以乙腈-水(26:74)^[2-3]为流动相,检测波长 270 nm,理论板数按淫羊藿苷峰计算不低于 1 500。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取淫羊藿苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 0.02 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加甲醇 25 mL,称定质量,超声处理(功率 500 W,频率 40 kHz)40 min,放冷,用甲醇补足减失的质量,摇匀,取上清液,滤过,取续滤液,即得。

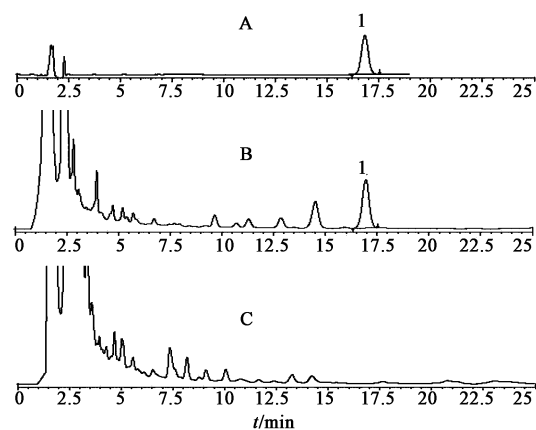
2.4 测定法 分别精密吸取对照品溶液 10 μL 与供试品溶液 10~20 μL,注入液相色谱仪,测定,即得。

2.5 空白试验 空白溶液的制备是按处方中药味的比例,自配不含淫羊藿的阴性样,按其工艺制成空白制剂,再按供试品溶液的制备方法制备并测定,结果阴性样品溶液在与淫羊藿苷对照品相同保留时间处未显色谱峰,故认为无干扰。见图 1。

2.6 线性关系考察 精密称取淫羊藿苷对照品

[收稿日期] 20120228(203)

[通讯作者] *李琰,硕士,副主任医师,从事中药化学分析, Tel:010-83221414, E-mail: derly212@163.com



A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性; 1. 淫羊藿苷
图 1 益肝膏液相色谱

10.03 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取淫羊藿苷对照品溶液 (0.1003 g·L⁻¹) 1, 2 mL, 分别置 5 mL 量瓶中, 精密吸取淫羊藿苷对照品溶液 (0.02006 g·L⁻¹) 1, 2, 3, 5, 8, 10, 15, 20 μL 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积, 以对照品进样量 (μg) 为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 结果表明淫羊藿苷在 0.02006 ~ 0.8024 μg 呈良好的线性关系。回归方程为 $Y = 2.284 \times 10^6 X - 4.725 \times 10^3$ ($r = 0.9999$)。

2.7 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 (批号 9133449) 10 μL, 分别于配制后 0, 2, 4, 8, 11, 17, 29 h, 照 2.1 项下色谱条件测定, 求得 RSD 0.97%, 结果表明在 29 h 内基本稳定。

2.8 精密度试验 精密吸取同一对照品溶液 (0.02006 g·L⁻¹), 进样 10 μL, 重复进样 5 次, 求得 RSD 0.20%。

2.9 重复性试验 称取已知同一批含量样品 (批号 9133449) 6 份, 按照 2.3 项下的供试品溶液制备方法制备及 2.1 项下色谱条件测定, 结果样品中淫羊藿苷的平均含量为 0.3721 mg·g⁻¹, RSD 1.5%, 结果表明重复性实验结果良好。

2.10 加样回收率试验 精密称取已知同一批含量样品 (9133449, 含量为 0.3723 mg·g⁻¹) 1 g, 分别精密加入淫羊藿苷对照品甲醇溶液 (10.03 mg → 100 mL, 精密量取 35 mL → 500 mL, 质量浓度 0.007021 g·L⁻¹) 50 mL, 按 2.3 项下供试品溶液的制备方法制备及 2.1 项下色谱条件测定, 见表 1。

2.11 范围考察 采用加样回收法。

2.11.1 高限 精密称取同一批含量样品 (批号

表 1 益肝膏加样回收率试验

No.	取样量 /g	样品中含量 /mg	加入量 /mg	测出量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	1.0553	0.3927	0.351	0.7530	102.6		
2	1.0465	0.3894	0.351	0.7401	99.91		
3	1.0392	0.3867	0.351	0.7351	99.26		
4	1.0203	0.3797	0.351	0.7313	100.2	100.2	1.4
5	1.0135	0.3771	0.351	0.7296	100.4		
6	1.0646	0.3961	0.351	0.7425	98.69		

9133449, 0.3721 mg·g⁻¹) 1.5 g, 分别精密加入对照品甲醇溶液 (10.03 → 100 mL, 精密量取 50 → 500 mL, 质量浓度 0.01003 g·L⁻¹) 各 50 mL, 按 2.3 项下供试品溶液的制备方法制备及 2.1 项下色谱条件测定。

2.11.2 低限 精密称取同一批含量样品 (批号 9133449, 0.3721 mg·g⁻¹) 1 g, 分别精密加入对照品甲醇溶液 (10.03 → 100 mL, 精密量取 50 → 500 mL, 精密量取 75 → 500 mL, 质量浓度 0.0015045 g·L⁻¹) 各 50 mL, 按 2.3 项下方法制备及 2.1 项下测定。结果表明样品在含量限度约 50% ~ 400%, 测定结果准确性较好。

2.12 耐用性 取另外两种不同品牌色谱柱, 分别依法测定, 均能获得满意的分离效果。柱 2: ALLECH Apollo C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 柱 3: SUPELCO Discovery C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)。

表 2 色谱柱对淫羊藿苷含量测定的影响

色谱柱	规格	含量 /mg·g ⁻¹	RSD /%
YMC-pack ODS-AQ	4.6 mm × 150 mm, 5 μm	0.372	
ALLECH Apollo C ₁₈	4.6 mm × 150 mm, 5 μm	0.370	0.52
SUPELCO Discovery C ₁₈	4.6 mm × 250 mm, 5 μm	0.368	

2.13 样品测定 按 2.3 项下方法制备及测定方法, 测定 3 批样品。结果淫羊藿苷质量分数分别为 0.064%, 0.046%, 0.37%。

3 讨论

本品收集到的 3 批样品, 含量相差较大, 从含量测定结果可以看出, 标准的 [制法] 项仅规定“每 100 g 浸膏加炼蜜 200 g”制得成品的制备方法不合理, 且浸膏的得率对日服生药量影响很大, 故应固定得浸膏率及制成总量以确保日服生药量的一致性。

活血止痛制剂中樟脑的限量检查和冰片的含量测定

胡奇志¹, 聂黎行^{2*}, 刘燕², 林瑞超²

(1. 贵阳中医学院, 贵阳 550002; 2. 中国食品药品检定研究院, 北京 100050)

[摘要] 目的:通过对市售活血止痛散和活血止痛胶囊中樟脑、异樟脑和龙脑的测定,建立活血止痛制剂中冰片质量的合理评价方法。方法:采用 ZB-WAX 毛细管柱,柱温 110 ℃,同时测定活血止痛散和活血止痛胶囊中樟脑、异樟脑和龙脑含量。结果:在所述试验系统中,樟脑、异樟脑、龙脑在各自范围内线性关系良好,平均回收率均在 95% ~ 105%,RSD 均 < 3%。结论:采用气相色谱法建立活血止痛制剂中樟脑的限量检查和冰片的含量测定方法,为该类药品的安全性和有效性评价提供实验基础,方法准确、灵敏、简便,可用于活血止痛制剂的质量控制。

[关键词] 活血止痛制剂; 冰片; 樟脑; 气相色谱法; 质量控制

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)18-0117-04

Limit Test of Camphor and Determination of Borneol in Huoxue Zhitong Preparations

HU Qi-zhi¹, NIE Li-xing^{2*}, LIU Yan¹, LIN Rui-chao¹

(1. Guiyang College of Traditional Chinese Medicine, Guiyang 550002;

2. National Institute for Food and Drug Control, Beijing 100050, China)

[Abstract] **Objective:** To establish evaluation method of quality of borneol in Huoxue Zhitong preparations. **Method:** A ZB-WAX capillary column was used and the column temperature was kept at 110 ℃ for simultaneous determination of camphor, iso-borneol and borneol in Huoxue Zhitong Powder and Huoxue Zhitong Capsules. **Result:** Good linearities were obtained for camphor, iso-borneol and borneol respectively and the average recoveries were all between 95% and 105% with RSD below 3%. **Conclusion:** The proposed method is accurate, sensitive and simple, which is suitable for quality control of Huoxue Zhitong preparations.

[Key words] Huoxue Zhitong preparations; borneol; camphor; GC; quality control

[收稿日期] 20111020(013)

[第一作者] 胡奇志, 硕士, 讲师, 从事药品开发与质量控制教学与研究, Tel:0851-6552704, E-mail:liihu2005@yahoo.com.cn

[通讯作者] * 聂黎行, 硕士, 助理研究员, 从事药品质量控制研究工作, Tel:010-67095313, E-mail:nielixing@163.com

对方剂中的仙茅中仙茅苷的含量进行了研究^[4],以乙腈-0.1%磷酸溶液(21:79)为流动相,检测波长 285 nm。结果直接加甲醇超声提取的供试品色谱中,在与仙茅苷对照品相应位置上的色谱峰未达到基线分离,且峰不纯,含量为 0.5/10000,而增加正丁醇萃取的供试品,含量仅为 0.3/10000,故未增加仙茅苷的含量测定项。

[2] 唐德智. 仙乐雄胶囊中淫羊藿的质量控制[J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 15(11):29.

[3] 王承华, 贺建华, 巩曼. HPLC 法测定壮阳填精口服液淫羊藿苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(1):37.

[4] 刘振丽, 宋志前, 孙明杰, 等. 不同地区仙茅中仙茅苷含量测定及酒炙后仙茅苷含量变化[J]. 中成药, 2007, 29(3):397.

[参考文献]

[1] 中国药典. 一部[S]. 2010:306.

[责任编辑 顾雪竹]