

抗癫止痢丸的质量标准研究

王俊香*

(山东中医药大学, 济南 250014)

[摘要] 目的:建立抗癫止痢丸的质量标准。方法:用薄层扫描法对抗癫止痢丸中人工牛黄进行定性鉴别,用高效液相色谱仪色谱法测定制剂中丹参酮 II_A 的含量。结果:在薄层色谱中能检出人工牛黄,丹参酮 II_A 在 0.10~0.80 μg 具有良好的线性关系, r 为 0.999 6,平均回收率为 97.89%,RSD 1.60%。结论:方法简便可行,专属性强,重复性好,可以用于抗癫止痢丸的质量控制。

[关键词] 抗癫止痢丸;薄层色谱;丹参酮 II_A;高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)12-0115-02

Quality Standard for Kangdian Zhixian Pill

WANG Jun-xiang*

(Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Ji'nan 250014, China)

[Abstract] **Objective:** To establish quality standard for Kangdian Zhixian pill. **Method:** Bovis calculus artifactus was identified by TLC. Tanshinone II_A was determined by HPLC. **Result:** TLC spots developed were fairly clear and the blank test showed no interference. The linear range was 0.10-0.80 μg for tanshinone II_A ($r = 0.999 6$). The average recovery was 97.89%, RSD 1.60%. **Conclusion:** The method is easy to operate, specific and reproducible, and can be used for the quality control of Kangdian Zhixian pill.

[Key words] Kangdian Zhixian pill; TLC; tanshinone II_A; HPLC.

抗癫止痢丸主要由山羊角、丹参、人工牛黄等组成,具有镇惊熄风、清热化痰作用。为了控制产品质量,本实验采用薄层色谱法对制剂中的人工牛黄、进行定性鉴别,采用高效液相色谱法对主药丹参进行含量测定。

1 材料

1.1 仪器 高效液相色谱仪(日立 L-2000);UPL-2400 紫外检测器;AE240 型电子天平(梅特勒-托利多仪器有限责任公司);SB3200 型超声波清洗仪(上海仪器设备有限公司)。

1.2 试药 丹参酮 II_A 对照品(批号 110766-200619)、胆酸对照品(批号 10078-0013)均由中国药品生物制品检定所提供;甲醇、乙腈均为色谱纯,水为重蒸馏水,其他试剂均为分析纯,样品由淄博市

国医院(批号 20091009,20091012,20091014)提供。

2 方法与结果

2.1 人工牛黄的薄层色谱鉴别^[1] 取本品内容物 2.5 g,置 25 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,超声处理 5 min,摇匀,静置,取上清液作为供试品溶液。另取胆酸对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VIB)试验,吸取供试品溶液 10 μL、对照品溶液 5 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯-醋酸-甲醇(20:25:2:3)上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 磷钼酸乙醇溶液,在 105 °C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

2.2 含量测定

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取丹参酮 II_A 对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 10 μg 的溶液,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品装量差异项下的内容物,混匀,取约 2.0 g,精密称定,置锥形瓶中,

[收稿日期] 20111128(798)

[通讯作者] *王俊香,讲师,医学硕士,从事中药新药及质量标准, Tel: 13255314780, E-mail: wangjx1000@126.com

加分析纯甲醇 50 mL,精密称定,超声处理(功率 300 W,频率 25 kHz)30 min,放冷,加甲醇补足失重,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.3 空白样品溶液的制备 按照处方比例和本品制备工艺,制成不含丹参的空白样品,再按供试液的制备方法制成空白样品溶液。

2.2.4 色谱条件 日立 L-2000 C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);流动相甲醇-水(82:18),检测波长 270 nm,流速 1.0 mL·min⁻¹,在上述色谱条件下,分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液和空白样品溶液各 20 μL,注入液相色谱仪,测定,空白对样品测定无干扰。结果见图 1。

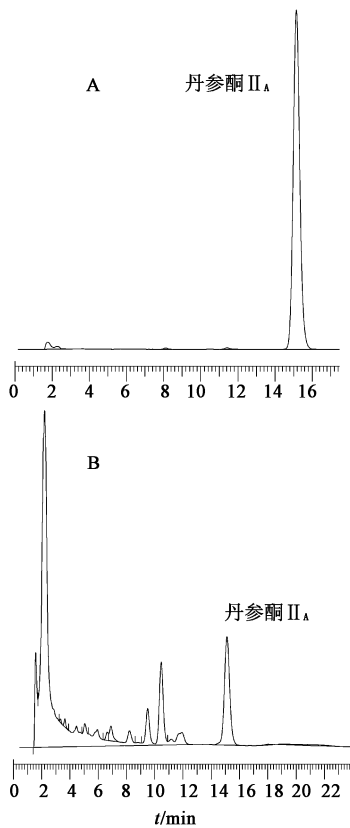


图 1 丹参酮 II_A 对照品(A)、抗癲止痛丸供试品(B)色谱

2.2.5 标准曲线的制备 精密称取丹参酮 II_A 对照品适量,加甲醇分别制成每 1 mL 含 5, 10, 20, 30, 40 μg 的对照品溶液,分别吸取 20 μL,按上述色谱条件测定,以峰面积为纵坐标,丹参酮 II_A 进样量为横坐标,绘制标准曲线,回归方程 $Y = 140\ 478X + 123\ 723$ ($r = 0.999\ 6$),结果表明,丹参酮 II_A 在 0.10 ~ 0.80 μg 具有良好的线性关系。

2.2.6 精密度试验 精密吸取对照品溶液 20 μL 注入高效液相色谱仪,重复进样 6 次,测定丹参酮 II_A 峰面积值,结果丹参酮 II_A 峰面积的 RSD 1.68%,表明仪器精密度良好。

2.2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 6, 8 h 进样测定,结果样品在 8 h 内稳定,丹参酮 II_A RSD 1.42%

2.2.8 重复性试验 对同一供试品重复测定 6 次,计算 RSD,结果丹参酮 II_A RSD 1.80%,表明该方法重复性良好。

2.2.9 加样回收率试验^[2] 取已经测知含量的样品 1 g,精密称定,精密加入丹参酮 II_A 对照品适量,按照供试品制备方法进行提取、测定,计算,结果丹参酮 II_A 为 97.89%,RSD 1.60%。

表 1 丹参酮 II_A 加样回收率测定

| No. | 取样量 /g | 样品浓度 /mg·g ⁻¹ | 样品含量 /mg | 加入量 /mg | 测得量 /mg | 回收率 /% | 平均回收率 /% |
|-----|---------|--------------------------|----------|---------|---------|--------|----------|
| 1 | 1.000 3 | 0.477 2 | 0.400 0 | 0.871 1 | 98.47 | | |
| 2 | 1.000 2 | 0.476 7 | 0.400 0 | 0.857 7 | 95.25 | | |
| 3 | 1.000 0 | 0.475 8 | 0.400 0 | 0.874 1 | 99.57 | | |
| 4 | 1.000 2 | 0.476 7 | 0.480 0 | 0.956 1 | 99.87 | | |
| 5 | 0.999 9 | 0.475 7 | 0.480 0 | 0.934 3 | 95.62 | 97.89 | 1.60 |
| 6 | 1.000 3 | 0.477 2 | 0.480 0 | 0.937 7 | 95.93 | | |
| 7 | 1.000 4 | 0.477 7 | 0.560 0 | 1.030 5 | 98.71 | | |
| 8 | 1.000 2 | 0.476 7 | 0.560 0 | 1.028 1 | 98.46 | | |
| 9 | 1.000 2 | 0.476 7 | 0.560 0 | 1.030 2 | 99.16 | | |

2.2.10 样品的含量测定 按照供试液的制备方法处理,进行 HPLC 分析,3 批次样品含量分别为 0.474, 0.452, 0.483 mg/粒。

3 讨论

选择了甲醇为提取溶剂,考察了提取溶剂用量 30, 50, 60 mL,考察了超声时间 20, 30, 40 min,结果用 50 mL 甲醇,超声提取 30 min,样品峰形好,含量高,过滤容易;采用甲醇-水-冰醋酸(78:22:0.2)^[3],甲醇-水(80:20)等多种流动相进行检测^[4-5],结果显示甲醇-水(82:18)作为本制剂的流动相,分离效果最好,经过多次实验研究,确定了本文的供试液的制备方法。

[参考文献]

[1] 中国药典.一部[S].2010:5.
 [2] 严楚顺,张雪静,尤晓燕.复方参桂胶囊的质量标准研究[J].中成药,2007,29(9):1321.
 [3] 刘元,莫海涛,宋志钊,等. HPLC 法测定丹葛颈舒片中丹参酮 II_A 的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(5):84.
 [4] 姚志凌,李明辉.高效液相色谱法测定调血脂丸中丹参酮 II_A 的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(14):318.
 [5] 杨锁成,汪坤,张振凌. HPLC 同时测定复方丹参降浊丸中丹参酮 II_A 和丹酚酸 B[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(9):84.

[责任编辑 顾雪竹]