

白银宫血灵胶囊中东茛菪内酯的含量测定

饶伟源*, 李 茂, 兰保强, 农兴旭
(广西中医药研究院, 广西南宁 530022)

[摘要] 目的: 测定白银宫血灵胶囊中东茛菪内酯的含量, 建立该制剂的质量控制方法。方法: 采用高效液相色谱(HPLC)法, 使用 Kromasil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 以甲醇-0.5% 冰醋酸(40: 60)为流动相; 检测波长为 345 nm。结果: 东茛菪内酯在 0.038 6 ~ 0.772 8 μg 范围内线性关系良好, 相关系数为 $r=0.999 9$, 平均回收率为 98.95%, RSD = 1.1%。结论: 本法简便、快速、重复性好, 可作为本品的质量控制方法。

[关键词] 白银宫血灵胶囊; 高效液相色谱法; 东茛菪内酯

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2010)01-0028-02

白银宫血灵胶囊是治疗妇科疾病的新药, 用于治疗妇女月经过多、经期过长等妇科疾病^[1]。以中草药白花银背藤为原料, 经提取加工制成的胶囊剂, 具有益气化痰、收敛止血的功能。白花银背藤 *Argyreia seguinii* (Lévl.) vant. 系旋花科银背藤属植物, 主要分布在广西、贵州、云南等^[2], 主要含有 β-谷甾醇、豆甾醇、胡萝卜苷、东茛菪内酯等^[3]。为了更好地控制本制剂的质量, 本文采用 HPLC 法测定制剂中的东茛菪内酯含量, 结果本法简便、快速、重复性好, 可作为本品的质量控制方法。

1 仪器与试药

LC-20A 高效液相色谱仪及 SPD-20A 紫外可见光检测器(日本岛津); 威玛色谱工作站; 东茛菪内酯对照品(批号 768-200103) 中国药品生物制品检定所; 甲醇为色谱纯、其余冰醋酸等为分析纯, 白银宫血灵胶囊及阴性样品由本院制剂室提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Kromasil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.5% 冰醋酸(40: 60); 流速 1.0 mL · min⁻¹; 检测波长: 345 nm; 进样量: 10 μL; 柱温: 室温。在此条件下, 样品中东茛菪内酯峰与相邻峰可达到基线分离(见图 1)

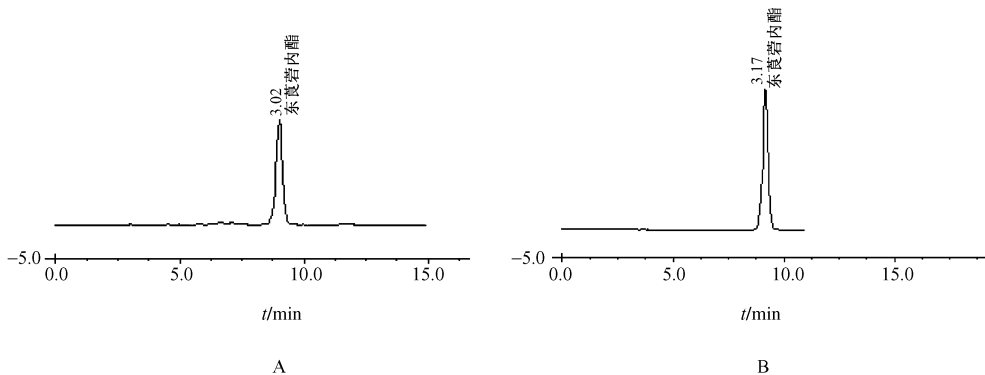


图1 白银宫血灵胶囊色谱图

A. 东茛菪内酯; B. 白银宫血灵胶囊

2.2 对照品溶液的制备 精密称取东茛菪内酯对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 10 μg 的溶液。

2.3 标准曲线的制备 精密称取东茛菪内酯对照品 9.66 mg 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇使溶解并稀释至刻度, 作为对照品储备溶液。精密吸取对照品储备溶液 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10 mL 于 25 mL 量瓶中,

[收稿日期] 2009-04-28

[基金项目] 广西壮族自治区科学技术厅, 科技创新能力与条件建设(桂科基 0639056)

[通讯作者] * 饶伟源, Tel: (0771) 5868874; E-mail: nn_rwy@163.com

加甲醇稀释至刻度,摇匀,分别精密吸取 10 μL ,注入液相色谱仪,以对照品东莨菪内酯进样量(μg)为横坐标,相应峰面积积分为纵坐标,计算回归方程: $Y = 4.30 \times 10^6 X + 2.41 \times 10^4$, $r = 0.9999$ 。

2.4 供试品溶液的制备 取 10 粒胶囊内容物,研匀,取约 0.25 g,精密称定,加 0.5 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫酸溶液 25 mL,超声处理 5 min,加三氯甲烷 25 mL,加热回流 1 h,取出,放冷,移至分液漏斗中,分取三氯甲烷层,水液再用三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 20 mL,合并三氯甲烷液,减压回收溶剂至干。残渣用甲醇溶解并转移至 50 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.5 精密度试验 取同一浓度为 9.66 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液,连续 5 次进样,测定峰面积,5 次测定的 RSD 为 0.82%。

2.6 重复性试验 取同一批号的白银宫血灵胶囊,平行取 6 份,按含量测定方法测定,平均含量为 0.31 mg/粒, RSD 为 1.6%。

2.7 稳定性考察 精密吸取同一供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 6, 8, 12 h 进样,测定峰面积,结果 RSD 为 1.4%,结果表明,供试液在 12 h 内稳定。

2.8 回收率试验 取已知东莨菪内酯含量为 0.886 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 的样品 6 份,精密称定,分别精密加入一定量的东莨菪内酯对照品溶液,照含量测定方法测定,计算加样回收率,结果见表 1,表明本法具有较好的加样回收率。

2.9 样品测定 分别取 6 批不同的样品,按上述方法制备供试品溶液,精密吸取对照品溶液、供试品溶

液各 10 μL ,注入液相色谱仪,测定,用外标法计算含量,结果 6 批样品中东莨菪内酯的含量分别为 0.38, 0.31, 0.36, 0.33, 0.40, 0.35 mg/粒。

3 讨论

3.1 本品主要由白花银背藤提取加工制成的胶囊剂,其中所含的东莨菪内酯成分易溶于三氯甲烷,故供试液制备采用三氯甲烷为提取溶剂,加入硫酸溶液能使提取更完全,并减少碱性成分的干扰,同时能增加其稳定性。流动相的选择试验了甲醇-水、甲醇-不同比例的磷酸等多种流动相,均未达到理想的分离,最后改用甲醇-0.5% 冰醋酸(40: 60),得到了良好的分离效果。

3.2 供试品溶液制备条件的选择 本实验考察了以甲醇、乙醇为提取溶剂;超声、回流提取方法对东莨菪内酯提取效率的影响,结果发现,甲醇回流提取的效果较佳。样品中的东莨菪内酯以游离态和苷的形式存在,苷经水解会产生游离东莨菪内酯。而本实验旨在测定样品中游离东莨菪内酯和东莨菪苷水解产生的东莨菪内酯的总和,因此应采用酸水解方法。比较了方法一:本文“2.4 供试品溶液的制备方法”;方法二:先用甲醇提取,回收溶剂,残渣再按“2.4 供试品溶液的制备”项自“加 0.5 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫酸溶液 25 mL”起同法操作,结果两方法的测定结果分别为 0.885, 0.887 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ($n = 2$),表明两法的提取效率基本一致,而方法一更简便,故确定方法一为供试品溶液的制备方法。

表 1 加样回收率试验

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回 收率(%)	RSD (%)
0.1117	0.1134	0.2221	97.35		
0.1114	0.1134	0.2240	99.29		
0.1100	0.1134	0.2238	100.35	98.95	1.1
0.1112	0.1134	0.2231	98.68		
0.1106	0.1134	0.2230	99.12		

[参考文献]

[1] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准[S]. 第二册, 广西科学技术出版社, 1996:81.
[2] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上册, 上海科学技术出版社, 1986:0351.
[3] 常小龙, 李军, 吴立军, 等. 白花银背藤化学成分的研究[J]. 中草药, 2006, 37(2):178.