

2 讨论

皂角菌在民间应用历史悠久,《本草纲目》中载有其药用价值。皂角菌是特指寄生在皂角树上的菌类,同其他的树舌不同。因此,有必要将两者区分开来,以提高临床用药的准确性和安全性。

HPLC 测定青娥丸中的补骨脂

程龙琼, 周晓英*

(成都市食品药品监督管理局, 四川 成都 610045)

摘要: 目的 采用 HPLC 法测定青娥丸中补骨脂的含量。方法 色谱柱为钻石 C₁₈ 柱 (200 mm × 4.6 mm, 5 μm)。流动相为甲醇-水 (55: 45); 流速 1.0 ml·min⁻¹; 检测波长 246 nm; 柱温为室温。结果 补骨脂素的线性范围是 0.1004~1.5060 μg (r = 0.9998)。平均加样回收率为 97.8%, RSD = 1.92% (n = 6)。异补骨脂素的线性范围是 0.0830~1.2450 μg (r = 0.9993)。平均加样回收率为 98.3%, RSD = 1.60% (n = 6)。结论 所建方法可用于测定青娥丸中的补骨脂。

关键词: 青娥丸; 补骨脂; 高效液相色谱法; 含量测定

中图分类号: R917

文献标识码: B

文章编号: 1006-0103(2008)04-0499-02

青娥丸是由杜仲、补骨脂、黑桃仁、大蒜四味药加工制成的丸剂^[1], 具有补肾强腰的功效, 常用于肾虚腰痛、起坐不利、膝软乏力。收载于《中国药典》2005 年版中, 原标准中只有性状、鉴别、检查项目而无定量检测指标, 现采用 HPLC 测定方中补骨脂的特征成份补骨脂素、异补骨脂素的含量^[2]。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

2695 高效液相色谱仪系统 (美国 Waters)。青娥丸 (水蜜丸, 成都中医药大学附属医院); 补骨脂素、异补骨脂素对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 110715-200212, 110738-200309); 甲醇为色谱纯; 其余试剂为分析纯。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 色谱柱为钻石 C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm)。流动相为甲醇-水 (55: 45); 流速 1.0 ml·min⁻¹; 检测波长 246 nm; 柱温为室温。

1.2.2 溶液的制备 分别精密称取 5.02、4.15 mg 补骨脂素和异补骨脂素对照品, 精密称定, 用甲醇定容至 10 ml 量瓶中, 摇匀, 再精密吸取 1 ml 置 10 ml 量瓶中, 甲醇定容, 摇匀得对照品溶液 (含补骨脂素 50.2 μg·ml⁻¹、异补骨脂素 41.5 μg·ml⁻¹)。取 10 g 水蜜丸样品, 研细, 精密称取 0.2 g 置 250 ml 锥形

参考文献:

[1] 成丽, 俞华珊. 皂角菌中甾体皂甙的分离与鉴定 [J]. 中国野生植物资源, 1998, (03): 30-31
[2] 成丽, 李俊义. 皂角多菌糖的研究 [J]. 中药材, 1998, 21(2): 85-87.

收稿日期: 2007-10

瓶中, 加甲醇 25 ml 精密称定重量, 加热回流 2 h, 取出, 放冷, 加甲醇补足减失的重量, 摇匀, 过滤, 续滤液即为供试品溶液。取缺补骨脂的阴性样品 0.2 g 同法制成阴性样品溶液。

1.2.3 系统适用性试验及专属性考察 分别取对照品溶液、供试品溶液及阴性对照品溶液各 10 μl 进样, 记录色谱图。理论板数按补骨脂素峰计, 应不低于 3 × 10³, 补骨脂素峰与异补骨脂素峰达到基线分离, R > 1.5。阴性对照品溶液在补骨脂素、异补骨脂素相应位置上无吸收 (图 1)。

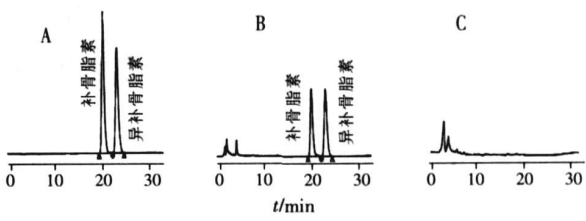


图 1 对照品 (A)、供试品 (B) 和阴性对照品 (C) 溶液的色谱图

1.2.4 标准曲线的制备 精密吸取 2.5、10、15、20、30 μl 补骨脂素、异补骨脂素对照品溶液, 按“1.2.1”项色谱条件测定。以进样量 (μg) 为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程: $Y_{\text{补骨脂素}} = 3.56 \times 10^6 X + 6.51 \times 10^3$ (r = 0.9996); $Y_{\text{异补骨脂素}} = 3.88 \times 10^6 X + 893$ (r = 0.9997)。补骨脂

作者简介: 程龙琼 (1969-), 女, 主管中药师, 从事中药材、中成药的检验工作。

* 通讯作者

素 0 1004 ~ 1. 5060 μg 异补骨脂素 0 0830 ~ 1. 2450 μg 与峰面积积分呈良好的线性关系。

1 2 5 稳定性实验 吸取同一份供试品溶液 10 μl 每隔 2 h进样测定 1次, 考查 6次, 补骨脂素、异补骨脂素峰面积的 RSD 分别为 0 6 %、1 4 %。

1 2 6 重复性试验 取同一批样品, 平行试验 6 次, 每份吸取 10 μl 供试液, 进样测定。补骨脂素、异补骨脂素含量总和平均为 20 262 mg g^{-1} , $RSD = 1. 4\%$, 表明有较好的重复性。

1 2 7 加样回收试验 精密称取已知含量 (20 262 mg g^{-1})的样品 6份, 分别加入 1. 0 2. 0 3. 0 mg 对照品溶液, 按“ 1. 2. 2”项处理后, 进样测定, 补骨脂素回收率为 97. 8%、 $RSD = 1. 92\%$; 异补骨脂素回收率为 98 5%、 $RSD = 1. 60\%$ 。

1 2 8 样品的测定 取 6批样品, 分别按“ 1 2 2”“ 1. 2. 1”项处理测定, 进样 10 μl 按外标峰面积法

计算补骨脂素和异补骨脂素的总含量, 结果 6批样品的总含量分别为 20 021、18 153、19 587、19. 368、20. 076、17. 938 mg g^{-1} ($n = 2$)。

2 讨论

补骨脂是青娥丸方中的主药, 补骨脂具有温肾助阳、纳气、止泻的功能。《中国药典》2005年版青娥丸项下无含量测定, 所以我们采用 HPLC法测定了青娥丸中补骨脂素和异补骨脂素的含量, 方法简便、快速、准确, 可控制青娥丸的质量。

参考文献:

[1] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典 [S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005 129, 487
[2] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997 136

收稿日期: 2008- 01

注射用硫普罗宁的制备与含量测定

张敏娟

(青海省药品检验所, 青海 西宁 810000)

摘要: 目的 制备注射用硫普罗宁, 并测定其含量。方法 结合制剂的外观和稳定性, 筛选冻干支持剂的种类。并用 HPLC法测定主药的含量及有关物质。结果 选用 5% 右旋糖酐作冻干支持剂。含量测定的平均回收率为 99 73%, $RSD = 0. 85\%$ ($n = 9$)。结果降解产物与主峰分离良好。结论 该制备工艺合理, 质量控制方法简便、可行。

关键词: 注射用硫普罗宁; 高效液相色谱法; 质量标准研究

中图分类号: R 94 R917

文献标识码: B

文章编号: 1006- 0103(2008) 04- 0500- 02

硫普罗宁为新型的含巯基甘氨酸衍生物, 临床上主要用于治疗急、慢性肝炎、肝硬化及药物引起的肝损伤, 并可作为化疗、放疗的保护剂及重金属解毒剂, 也可用于胱氨酸结石症、汞中毒等多种疾病的治疗^[1]。为了临床应用的需要, 对注射用硫普罗宁的处方工艺及质量控制方法进行了研究。

1 实验部分

1 1 仪器与试剂

pHS23C型酸度计 (上海第二分析仪器厂) ; SNL216V型冷冻干燥机 (美国 Savant) ; LC - 10A型高效液相色谱仪 (日本岛津)。硫普罗宁 (常州亚邦制药有限公司) ; 右旋糖酐 (中桑许昌制药有限公司) ; 乙腈为色谱纯; 其余试剂为分析纯。

1 2 处方与工艺的研究

1 2 1 制备工艺 取处方量的硫普罗宁, 加 200 ml 注射用水溶解; 另取处方量的冻干支持剂, 加 500 ml

注射用水加热溶解, 加入 1% 针用活性炭, 煮沸 30 min 过滤; 合并上述两溶液, 补足体积, 加入 0. 3% 的针用活性炭, 60℃吸附 30 min 过滤除炭; 用 0. 22 μm 微孔滤膜过滤; 检测, 灌装, 冷冻干燥, 轧盖, 包装, 即得。

1 2 2 冻干支持剂的选择 为了解决产品外形不饱满或萎缩成团粒的问题, 一般冻干粉针可适当添加右旋糖酐 40、甘露醇、氯化钠、葡萄糖等填充剂。按照以下处方, 分别考察 4种冻干保护剂对粉针的外观性状和复溶情况。处方: 100 g 硫普罗宁、50 g 冻干支持剂、1 L注射用水, 制成一千支 (表 1)。

表 1 冻干支持剂的选择

冻干支持剂	外观性状	复溶情况
右旋糖酐 40	成型好, 疏松块状物	3 min 内溶解
甘露醇	成型好, 疏松块状物	5 min 内溶解
氯化钠	成型不好, 用力振荡易碎	3 min 内溶解
葡萄糖	成型好, 块状物较硬	8 min 内溶解

作者简介: 张敏娟, 女, 主管药师, 从事药品检验工作。