

枇杷叶的薄层鉴别及齐墩果酸的含量测定

鲁湘鄂¹, 黄 志^{2*}

(1 广州中医药大学中药学院, 广东 广州 510006; 2 肇庆学院化学化工学院, 广东 肇庆 526061)

摘要: 目的 研究枇杷叶的质量控制方法。方法 采用 TLC法定性鉴别枇杷叶;并用毛细管电泳色谱法(CE)测定枇杷叶中齐墩果酸的含量。结果 薄层色谱鉴别证实枇杷叶的乙醚萃取液中含齐墩果酸。结论 所建方法重复性好,可靠性强,可为枇杷叶的质量标准提供借鉴。

关键词: 枇杷叶;齐墩果酸;薄层色谱法;毛细管电泳

中图分类号: R917

文献标识码: B

文章编号: 1006 - 0103(2009)05 - 0561 - 02

枇杷叶为蔷薇科植物枇杷 *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl. 的干燥叶,性平、味苦,入肺、胃经,是传统的止咳平喘常用中药,有化痰止咳、和胃降逆的功效^[1]。齐墩果酸是枇杷叶的主要化学成分之一。《中国药典》2005年版中仅记载了其性状和总灰分检查项。为评价枇杷叶的内在质量,特建立了枇杷叶的薄层鉴别和齐墩果酸的含量测定方法。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

P/ACE™ MDQ 高效毛细管电泳仪 (美国 Beckman);未涂层的石英毛细管 (60 cm × 70 μm,有效长度 50 cm,河北永年光导纤维厂);实验数据采集处理用 32Karat 7.0 化学软件 (美国 Beckman)。枇杷叶经鉴定为真品,于 60℃ 下干燥,将其粉碎,置干燥器内,备用;齐墩果酸对照品 (中国药品生物制品检定所,批号: 110709 - 200505);水为双蒸水;其余试剂均为分析纯。

1.2 薄层色谱鉴别

取约 1 g 枇杷叶粉末,置具塞锥形瓶中,加 10 ml 乙醚放置过夜,过滤,滤液蒸干,加 3 ml 乙醚使溶解,作为供试品溶液。另取齐墩果酸对照品,加甲醇溶解,制成 1 mg·ml⁻¹ 的对照溶液。照《中国药典》2005年版薄层色谱法,吸取上述两种溶液各 5 μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上。以氯仿 - 甲醇 - 冰乙酸 (20: 1: 0.2) 为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇,105℃ 烘烤至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

1.3 含量的测定

1.3.1 色谱条件^[2,3] 压力进样,压力 3 × 10³ Pa,进样 5 s,分离电压 20 kV;柱温 30℃;检测波长 214

nm;以 60 mmol·L⁻¹ 十二烷基硫酸钠、2.5 mmol·L⁻¹ 磷酸二氢钠、2.5 mmol·L⁻¹ 硼砂和 30% 异丙醇 (pH 9.4) 为运行缓冲溶液。实验前,毛细管依次用 0.1 mol·L⁻¹ 氢氧化钠溶液、超纯水各冲洗 5 min,然后用运行缓冲溶液冲洗 3 min,试验前运行缓冲溶液用 0.22 μm 纤维膜过滤和超声波脱气。

1.3.2 溶液的制备 精密称取 4 mg 齐墩果酸对照品,置 10 ml 量瓶中,用甲醇定容得对照品溶液。取约 2 g 样品粉末,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加 50 ml 乙醚,精密称定重量,浸泡 15 min,超声提取 1 h,放冷,再称定重量,用乙醚补足减失的重量,过滤,弃去初滤液,取 25 ml 续滤液,蒸干,用甲醇溶解,移至 25 ml 量瓶中,加甲醇定容,作为供试品溶液。实验前用 0.22 μm 微孔滤膜过滤。

1.3.3 标准曲线的制备 精密量取不同体积“1.3.2 项下的齐墩果酸对照品溶液,分别加甲醇制得一系列浓度的对照品溶液。齐墩果酸的浓度分别为 50、100、200、400 μg·ml⁻¹,进样测定。以峰面积积分值为纵坐标、浓度为横坐标绘制标准曲线。齐墩果酸的回归方程为: $Y = 660.58X - 4.67 \times 10^4$ ($r = 0.9996$)。结果表明,齐墩果酸 250 ~ 2 × 10³ μg 与峰面积的线性关系良好。

1.3.4 精密度试验 在“1.3.1 色谱条件下,取 400 μg·ml⁻¹ 对照品溶液,连续进样 5 次,记录峰面积并计算 $RSD = 0.132\%$ 。表明仪器精密度良好。

1.3.5 重复性和稳定性试验 称取样品 5 份,按“1.3.2 项下方法制备溶液并分别测定。结果齐墩果酸的平均含量为 0.35%, $RSD = 2.15\%$ 。表明分析方法重复性良好。

取同一供试品溶液,在 0、3、6、9、12 h 分别进样测定。结果齐墩果酸峰面积的 $RSD = 2.05\%$,表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

作者简介:鲁湘鄂 (1979 -),女,讲师,从事中药及其制剂的工艺和质量标准的研究。Email: lxe_0710@sina.com

1.3.6 加样回收试验 精密称取已知含量的样品 2 g,共 5 份,分别精密加入齐墩果酸对照品 0.8 mg,按“1.3.2 项下同法操作,进样测定,计算回收率。结果齐墩果酸的回收率为 97.6%, $RSD = 1.72\%$ ($n = 5$)。表明本方法准确可靠。

1.3.7 样品的测定 取枇杷叶样品 3 批,照“1.3.2 项下方法制备供试液,按“1.3.1 项下方法测定,计算含量。色谱图见图 1。测得枇杷叶中齐墩果酸的含量为 0.4%。

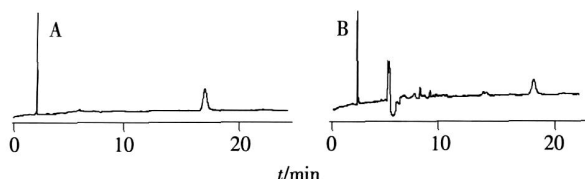


图 1 对照品 (A)和供试品 (B)溶液的色谱图

2 讨论

文中所用方法中,薄层色谱的斑点清晰且方法简便、快速、可行,可作为枇杷叶药材的定性鉴别。齐墩果酸是枇杷叶的主要有效成分之一,文中采用毛细管电泳法测定其含量,可控制药材的质量。

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,2005.142.
- [2] 王瑞,王淑美,梁生旺,等.胶束电动毛细管色谱法分离分析山茱萸中的齐墩果酸和熊果酸[J].中药材,2007,30(8):946-950.
- [3] 青琳森,张浩,吕光华,等.HPLC测定川木通中齐墩果酸的含量[J].华西药学期刊,2006,21(3):273-274.

收稿日期:2008-10

不同厂家洛伐他汀胶囊的体外溶出度比较

孟月兰¹,尹 萌¹,闻珣毓¹,李倚云¹,王 建²

(1.江苏省扬州药品检验所,江苏 扬州 225009;2.扬州大学,江苏 扬州 225001)

摘要:目的 测定 5 个厂家的洛伐他汀胶囊的溶出度,以考察产品质量。方法 采用紫外分光光度法,以磷酸盐缓冲液 (pH4.5) - 正丙醇 (2:1) 900 ml 为溶出介质,测定洛伐他汀胶囊的体外溶出度。结果 5 个厂家洛伐他汀胶囊的溶出度参数 T_{50} 、 T_d 、 T_{80} 、 m 、 Kr 有显著差异 ($P < 0.05$)。结论 产品质量与生产工艺密切相关。

关键词:洛伐他汀;溶出度;紫外分光光度法

中图分类号:R94

文献标识码:B

文章编号:1006-0103(2009)05-0562-02

洛伐他汀可使血中胆固醇和低密度脂蛋白胆固醇的水平降低,能防治动脉粥样硬化和冠心病,还能降低血清甘油三酯的水平和增高血中高密度脂蛋白水平。为了检测不同厂家生产的洛伐他汀胶囊的内在质量,现参照文献^[1-3],采用紫外分光光度法,考察了 5 个不同厂家产品的体外溶出度。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

ZRS-8G 型智能溶出试验仪 (天津大学无线电厂);UV-2450 紫外分光光度计 (日本岛津);2695 高效液相色谱仪 (美国 Waters)。洛伐他汀胶囊样品 (市售,分别为 A~E 共 5 年厂家);洛伐他汀对照品 (中国药品生物制品检定所,批号:100600-200301)。

1.2 方法和结果

1.2.1 测定波长的选择 取 $10.07 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 对照品溶液,在 200~300 nm 扫描,238 nm 处有最大吸收,选择 238 nm 为测定波长。

1.2.2 标准曲线的建立 精密称取经 105 干燥至恒重的洛伐他汀对照品 10.07 mg,置 100 ml 量瓶中,加磷酸盐缓冲液 (pH4.5) - 正丙醇 (2:1) 定容,制成 $100.7 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准贮备液。精密量取 2、3、4、5、6、7 ml,分别置 50 ml 量瓶中,加溶剂定容。以溶剂为空白对照,在波长 238 nm 处测定吸光度 A 。经回归得标准曲线方程为: $Y = 16.2014X - 0.0485$ ($r = 0.9997$)。

1.2.3 样品的含量测定 取样品内容物,混匀。精密取适量,加溶剂制成约含洛伐他汀 $10 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的溶液,照“1.2.2 项方法测定,代入回归方程,计算含量。同时用 HPLC 方法测定含量,测定结果比较

作者简介:孟月兰,女,江苏扬州,主任药师,从事药品检验工作。Email: mengyuelan@126.com