

复方公英片质量标准的研究

★ 盛晓静 刘薇 (江西省九江市药品检验所 九江 332000)

关键词:复方公英片;咖啡酸;TLC;HPLC;质量标准

中图分类号:TQ 460.7 文献标识码:A

复方公英片收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第十册,处方由蒲公英、板蓝根两味中药组成,具有清热解毒的功能,可用于上呼吸道感染、疮疖、肿毒、肠炎等症。原标准中除了性状检查项外,仅对方中板蓝根所含靛蓝和靛玉红进行了定性鉴别。本研究采用 TLC 对方中蒲公英所含咖啡酸进行鉴别,用 HPLC 测定咖啡酸含量,为更好地控制复方公英片质量提供依据。

1 仪器、试剂、样品

仪器:高效液相色谱仪(Waters 1525 高压泵、Waters 2487 检测器);TU-1901 型双光束紫外可见分光光度计;Sartorius Bp211D 分析天平;SCQ25-6 超声波清洗器(上海申波超声公司);试剂:硅胶 G(化学纯,青岛海洋化工厂)、重蒸水、色谱甲醇,其它试剂均为分析纯;对照品:咖啡酸对照品(供含量测定用,由中国药品生物制品检定所提供,批号 110885-200102);样品:复方公英片(批号 20040108、20040201、20040406,由江西钟山药业有限责任公司生产)。

2 薄层鉴别^[1,2]

2.1 供试品溶液的制备 取本品 4 片,除去糖衣,研碎,加甲醇 20 mL,加热回流 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水 10 mL 使溶解,滤过,滤液用醋酸乙酯振摇提取 2 次,每次 10 mL,合并醋酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.2 阴性对照样品溶液的制备 除蒲公英以外,其余各药按复方公英片处方量投料,制成阴性对照样品,再按供试品溶液制备方法,制得缺蒲公英的阴性对照样品溶液。

2.3 对照品溶液的制备 取咖啡酸对照品 1.10 mg,加甲醇 2 mL 使溶解,作为对照品溶液。

2.4 薄层层析 吸取供试品溶液、阴性对照样品溶液及对照品溶液各 6 μ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以醋酸丁酯-甲酸-水(7:2.5:2.5)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外灯下检视。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。阴性对照样品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,无相同颜色的荧光斑点。

3 含量测定^[3,4]

3.1 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱:Waters XTerraTM RP₁₈ 5 μ m, 4.6 mm \times 150 mm (Column Serial No. PN.186000492);检测波长:323 nm;流动相:甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钠 1.56 g,加水使溶解成 1 000 mL,再加 1% 磷酸溶液调节 pH 至 3.8~4.0,即得)(23:77);柱温 40 $^{\circ}$ C;灵敏度:1.0 AUFS;理论板数按咖啡酸峰计算应不低于 3 000,咖啡酸峰与其它峰能达到基线分离,且出峰时间适宜,峰形较好。

3.2 对照品溶液的制备 精密称取在 110 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的咖啡酸对照品 7.5 mg,置 50 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,精密量取 2 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

3.3 供试品溶液的制备及试验 取本品 20 片,除去糖衣,精密称定,研细,取 2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 5% 甲酸的甲醇溶液 50 mL,密塞,摇匀,称定重量,超声处理(功率 250 W,频率 40 kHz)30 分钟,取出,放冷,再称定重量,用 5% 甲酸的甲醇溶液补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25 mL 置蒸发皿中,蒸干,残渣加水 10 mL 微热使溶解,转移至分液漏斗中,用醋酸乙酯提取 2 次,每次 15 mL,合并醋酸乙酯提取液,蒸干,残渣加甲醇使溶解,转移至 5 mL 量瓶中加甲醇至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,精密量取 20 μ L,进样,记录色谱图。

3.4 阴性对照试验 阴性对照精密量取样品溶液 20 μ L,进样,记录色谱图所得阴性对照色谱图中,在复方公英片色谱图中咖啡酸峰的出峰位置上未出现吸收峰,表明处方中其它药材对咖啡酸含量测定无影响。

3.5 线性关系的考察 精密称取已在 110 $^{\circ}$ C 干燥

RP-HPLC 法测定小儿化毒微丸中大黄素、大黄酚含量

★ 林列 陶冶 (江中药业股份有限公司 南昌 330006)

关键词: 小儿化毒微丸; 大黄; 大黄素; 大黄酚; 高效液相色谱法

中图分类号: TQ 460.6 文献标识码: A

小儿化毒微丸由牛黄、珍珠、雄黄、大黄等十二味药组成, 具有清热解毒、活血化瘀的功能, 用于小儿疹后余毒未尽, 烦躁, 口渴, 口疮, 便秘, 疔肿溃烂等症^[1]。原方为散剂, 现剂改为微丸, 克服了原剂型的服用剂量不准确、使用不方便及原质量标准中无定量指标等缺点。采用 HPLC 法对小儿化毒微丸中的大黄进行了含量测定研究, 经方法学考察, 所用方法操作简便, 专属性和重现性良好, 可作为质控标准。

1 仪器与试剂

至恒重的咖啡酸对照品 16.92 mg 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并至刻度, 摇匀, 精密量取 1、1、1、2、1 mL 分别置 100、50、25、25、10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 制成 5 种不同浓度的对照品溶液, 分别进样 20 μ L, 测定其峰面积, 以咖啡酸的量为横坐标, 2 次测定峰面积的均值为纵坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程为 $Y = 4.14 \times 10^6 X - 6.06 \times 10^4$, $r = 0.9996$, 实验结果表明, 咖啡酸的量在 0.135 4~1.354 μ g 范围内与所测得的相应的峰面积呈良好的线性关系。

3.6 精密度试验 精密吸取对照品溶液 20 μ L 进样, 重复进样 5 次, 按上述色谱条件测定峰面积, 分别为 957190, 957448, 958213, 972313, 956925, RSD 为 0.7%。

3.7 稳定性试验 精密吸取供试品溶液, 按上述色谱条件, 每隔 1 小时进样 1 次, 共进样 5 次, RSD 为 0.6%。

3.9 重复性试验 取同一批号样品, 按含量测定项下方法操作, 平行试验 5 次, 测得咖啡酸含量 RSD 为 1.3%。

3.8 回收率试验 采用加样回收法, 精密称取已知含量的样品 6 份, 分别精密添加一定量的咖啡酸对照品, 按 3.3 方法制成供试品溶液, 各取 20 μ L 进样, 测定各自咖啡酸含量, 结果平均加样回收率

1.1 仪器

岛津 LC-10ATvp 高效液相色谱仪(岛津公司); N2000 色谱数据工作站(浙江大学智能信息工程研究所); TY4010 超纯水机(南昌桃源水处理设备厂); 超声波清洗器 SB2200(上海必能信超声有限公司, 功率: 80 W、频率: 50 kHz); METTLER-TOLEDD ABS-265-S 型电子天平(瑞士)。

1.2 药品与试剂

大黄素对照品(0756-9908)、大黄酚对照品(110796-200311), 均由中国药品生物制品检定所

99.7%, RSD = 0.8%。

3.9 样品测定 取样品 3 批, 按上述色谱条件和方法测定咖啡酸的含量, 测定结果见表 1。

表 1 复方公英片含量测定结果

批号	咖啡酸含量/mg·粒 ⁻¹	RSD(%)
20040108	0.036 77	1.5
20040201	0.032 10	1.1
20040406	0.031 42	2.0

4 讨论

本法参考了《中国药典》2000 年版一部第 289 页蒲公英的含量测定方法, 在供试品溶液的制备中, 考虑到复方制剂与单味药材在成分上的差异, 为了减少本品处方中其它药材所含成分对其咖啡酸含量测定的干扰, 我们在原方法的基础上增加了醋酸乙酯提取的步骤。

参考文献

- [1] 肖培根. 新编中药志[M]. 第三卷. 北京: 化学工业出版社, 2002. 363
- [2] 药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 289~290
- [3] 苗明三, 李正国. 现代实用中药质量控制技术[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2000. 1 048~1 051
- [4] 凌云. 中药蒲公英的质量标准研究[J]. 中草药, 1999, 30(12): 897

(收稿日期: 2006-04-17)

中药现代化