

· 专 栏 ·

· 中药与天然药 ·

醒脑再造胶囊质量标准的研究

黎小伟,叶小强(广西贺州地区药品检验所,广西 梧州 543001)

摘要:目的 为控制醒脑再造胶囊的质量,制定质量标准。方法 采用薄层色谱法对样品中的黄芪、红参(含三七)、黄连及冰片进行定性鉴别;采用 HPLC 测定淫羊藿中的淫羊藿苷含量。结果 鉴别方法专属性强;淫羊藿苷在 0.1 ~ 2.1 μg 范围呈良好的线性关系, $r=0.9999$, 平均回收率为 98.7%, $RSD=1.2\%$ 。结论 本质量标准可有效地控制醒脑再造胶囊的质量。

关键词:醒脑再造胶囊;黄芪;红参;三七;黄连;冰片;淫羊藿苷;高效液相色谱法

中图分类号:R284;R926 文献标识码:A 文章编号:1007-7693(2003)03-0197-02

Study on quality Standard of Xingnao Zaizao capsule

Li Xiaowei, Ye Xiaoliang (Hezhou prefecture Institute for Drug Control, Wuzhou 543001, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To establish the quality standard of Xingnaozai capsule. **METHOD** Identified Radix Astragali, Radix Ginseng Rubra, Radix Notoinseong, Rhizoma Coptidis, Borneolum Syntheticum by TLC; determined content of icarrin by HPLC. **RESULTS** The linear range was 0.1 ~ 2.1 μg. $r=0.9999$. The recovery of the added sample was 98.7%. RSD was 1.2%. **CONCLUSION** This standard is capable to effectively control the quality of xingnao Zaizao Capsule.

KEY WORDS: Xingnao Zaizao Capsule; Radix Astragali; Radix Ginseng Rubra; Radix Notoinseong; Rhizoma Coptidis; Borneolum Syntheticum; HPLC

醒脑再造胶囊是由黄芪、淫羊藿、红参、三七、黄连、冰片等 36 味中药提取制成的中药制剂,收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第四册。有化痰醒脑、祛风活络的功效。标准中[鉴别]项只有药材猪牙皂、全蝎的显微鉴别,无含量测定项目。为更有效地控制质量,对方中黄芪、红参(含三七)、黄连及冰片进行了薄层鉴别,用 HPLC 法对淫羊藿的有效成分淫羊藿苷进行含量测定。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:日本岛津 LC-6A, SPD-6AV 紫外检测器, 威玛色谱数据工作站。试剂:对照品、对照药材(中国药品生物制品检定所);醒脑再造胶囊为某药业有限公司产品(991103, 20011101, 20011201);硅胶 G(青岛海洋化工厂);试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱鉴别

2.1.1 黄芪、红参及三七的薄层鉴别 取本品 5 粒的内容物,加氯仿 30 mL,回流提取 20 min,滤过,氯仿液备用。残渣挥去氯仿,加水饱和的正丁醇 30 mL 回流提取 20 min,滤过,滤液用 1%氢氧化钠溶液洗 2 次,每次 20 mL,再用水 10 mL 洗涤,蒸干,加 0.5 mL 甲醇使溶解,作为供试品溶液;按标准处方及工艺制备缺黄芪、红参及三七的阴性样品,同法制备得各阴性对照液;取黄芪甲苷、人参皂苷 R_{g1} 对照品,分别加

甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液;分别吸取供试品溶液、各阴性对照液 10 μL 及对照品溶液各 3 μL 点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(15:7:2)10℃以下放置的下层液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇液,105℃烘至斑点清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同颜色的斑点。缺黄芪的阴性样品未检出黄芪甲苷对应的斑点;缺红参及三七的阴性样品未检出人参皂苷 R_{g1} 对应的斑点。

2.1.2 黄连的薄层鉴别 取本品 3 粒的内容物,加甲醇 5 mL,置水浴上加热回流 15 min,滤过,滤液补加甲醇使成 5 mL,作为供试品溶液。按标准处方及工艺制备缺黄连的阴性样品,同法制备得阴性对照液。取黄连对照药材 50 mg,同法制成对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 0.5 mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述溶液各 1 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-水(6:3:1.5:1.5:0.3)为展开剂,置氨蒸汽饱和的层析缸内,展开,取出,晾干,置紫外灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的黄色荧光斑点;在与对照品色谱相应位置上,显相同的一个黄色荧光斑点,阴性样品则无。

2.1.3 冰片的薄层鉴别 取 2.1.1 的氯仿液,浓缩至 5 mL,作为供试品溶液。按标准处方及工艺制备缺冰片的阴性样

品,同法制备得阴性对照液。取冰片对照品,加氯仿制成每1 mL含2 mg的溶液作为对照品溶液。吸取上述三种溶液各4 mL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以苯-醋酸乙酯(19:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%香草醛硫酸溶液,105℃烘至斑点清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同颜色的斑点,阴性样品则无。

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱:Kroma.sil C₁₈柱(5μm,4.6×250 mm),流动相:甲醇-水-磷酸(60:40:0.2);流速:1 mL/min;检测波长:270 nm;柱温:室温。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品内容物10粒量,精密称定,研匀,精密称取适量(约2粒量),置具塞量筒,精密加入体积分数为50%乙醇10 mL,精密称定重量,超声波处理60 min,放冷,用体积分数为50%乙醇补足减失的重量,摇匀,离心,取上清液微孔滤膜滤过即得。按处方比例及工艺制备不含淫羊藿的阴性样品,同法制备阴性样品溶液。

2.2.3 系统适应性试验 在上述色谱条件分别取对照品溶液、供试品溶液、阴性样品溶液注入色谱仪,色谱表明,淫羊藿苷的保留时间约为14 min,理论塔板数以淫羊藿苷峰计算为4530,分离度为3.5,阴性样品对测定无干扰。

2.2.4 线性关系考察 精密称取淫羊藿苷对照品适量,加甲醇制成每1 mL含0.1 mg的溶液作为对照品溶液。精密吸取对照品溶液1.0,5.0,10.0,15.0,20.0 μL,按上述色谱条件测定峰面积,以淫羊藿苷的量(μg)横坐标,淫羊藿苷峰面积为纵坐标,得回归方程: $Y = 3.494 \times 10^{-6} X - 6.004 \times 10^{-3}$, $r = 0.9999$,线性范围为0.1~2.1 μg。

2.2.5 精密度试验 取对照品溶液10 μL,连续进样5次,分别测其峰面积,RSD为0.6%。

2.2.6 重复性试验 取同一批号样品5份,按供试品溶液制备方法制备,依法测定,RSD为1.4%。

2.2.7 稳定性试验 取同一份供试品溶液于不同时间测定,结果表明在24 h内稳定。

2.2.8 加样回收率试验 取已知测定含量的样品(批号:20011101,约2粒量)5份,分别加入一定量的淫羊藿苷对照品,按法制备供试品溶液并依法测定,计算回收率,平均回收

率为98.7%,RSD=1.2%。

2.2.9 样品测定 样品按上述方法制备供试品溶液。取供试品溶液及对照品溶液各10 μL,按上述色谱条件测定,以外标法计算样品中的淫羊藿苷含量,结果见表1。

表1 样品测定结果

Tab 1 Determination results of samples (n=3)

批号	含量(mg/g)	RSD(%)
991103	0.4428	1.0
20011101	0.2056	0.9
20011201	0.2064	1.5

3 讨论

3.1 本实验曾选用正丁醇-醋酸乙酯-水(4:1:5)上层液、氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置后的下层液、氯仿-甲醇-水(15:7:2)10℃以下放置后的下层液等多种展开系统展开,以三七皂苷R₁为对照鉴别三七,结果均不能将三七皂苷R₁与红参中的人参皂苷Re明显分开,即人参对三七皂苷R₁的检出有干扰。红参及三七二者均含人参皂苷R_{g1},考虑二者均属于名贵药材,故以检出人参皂苷R_{g1}鉴别二者。薄层鉴别中同时鉴别黄芪、人参及三七,操作简便,准确。

3.2 本实验曾对含量测定中样品提取方法进行比较,考察了用体积分数为50%,70%,95%乙醇和无水乙醇提取液直接进样体积分数为50%乙醇提取液用醋酸乙酯提取后进样,结果以体积分数为50%乙醇提取直接进样的方法为最佳;超声提取1h与回流提取1h结果基本一致。

3.3 比较了多种流动相系统(甲醇-水、乙腈-水-磷酸、甲醇-水-磷酸)及甲醇-水-磷酸的不同比例,结果以甲醇-水-磷酸(60:40:0.2)分离效果最佳。

3.4 测定的三批样品淫羊藿苷含量差异较大。由于淫羊藿的品种不同,其淫羊藿苷含量差异较大(张艺,肖崇厚,孟宪丽.HPLC法测定川产淫羊藿属植物的淫羊藿苷含量.中国中药杂志,1995,20(4):265.),因此制剂生产时应注意控制药材的质量。

收稿日期:2002-03-18