

3.6 样品的含量测定

取不同批号茵栀黄注射液,按上述色谱条件测定其中木

犀草苷的含量,结果见表 3。见图 1~3。

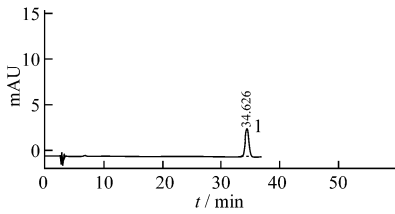


图 1 对照品溶液 HPLC 色谱图
1 木犀草苷

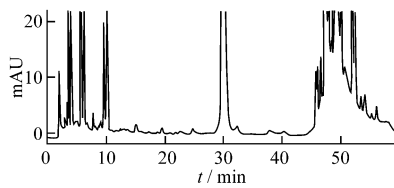


图 2 阴性对照品溶液 HPLC 色谱图

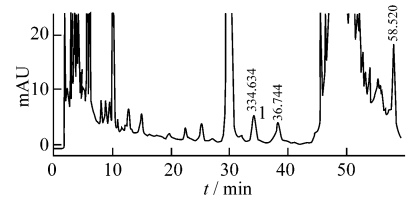


图 3 样品 HPLC 色谱图
1 木犀草苷

表 3 样品含量测定结果

批号	进样量 / μ L	木犀草苷含量 / μ g/10 mL
050901	10	57.64
051001	10	150.65
060501	10	122.39
060502	10	140.51
060503	10	100.16
060504	10	112.22
060505	10	67.93
060506	10	121.44
060601	10	173.30
060602	10	128.20

4 讨论

4.1 从上述资料分析可知,该方法可作为茵栀黄注射液的含量测定方法,有利于产品的质量控制。

4.2 金银花和山银花都含有绿原酸,但作为药用成分的木犀草苷,金银花含量比较高而山银花含量很少,该方法有利于控制制剂中药用成分。

参考文献:

[1] 中国药典 2005年版一部[S]. 2005: 153.

HPLC测定藏药帕朱胶囊中胡椒碱

魏立新, 杜玉枝, 邹小艳, 肖远灿

(中国科学院西北高原生物研究所 青海省青藏高原特色生物资源研究重点实验室,青海 西宁 810008)

关键词:帕朱胶囊;胡椒碱;HPLC;含量测定

中图分类号:R927.2

文献标识码:B

文章编号:1001-1528(2008)03-0454-02

帕朱胶囊是藏医最常用的治疗胃寒性疾病药物之一。收载于《中华人民共和国卫生部药典标准·藏药》(第一册),主要由寒水石、诃子、石榴子、胡椒和葶苈等药物组成;功能主治健胃散寒,除痰、破痞瘤,养荣强壮。现代临床试验表明,帕朱胶囊对早中期肿瘤患者有改善细胞免疫及体液免疫功能的作用,同时还可以减轻患者疼痛症状^[1-3]。尽管帕朱胶囊长期以来被广泛使用,但是却没有很好的质量控制标准。我们采用超临界 CO₂ 萃取方法提取帕朱胶囊的可溶性成分,并用 GC-MS法对提取部位进行化学成分分析,发现其主要成分为胡椒碱,含量占提取物的 44.2%。因此,本实验用 HPLC法对帕朱胶囊中所含胡椒碱进行测定,以期建立胡椒碱的科学检测方法,提高产品质量控制标准。

1 仪器与材料

Agilent 1100 型高效液相色谱仪, G1312A 二元泵,

G1315B DAD 检测器, G1379A 在线脱气机, Agilentchem 色谱工作站。Millipore 超纯水器, 昆山 KQ-2500E 型数控超声波清洗器, AG35 分析天平 (METTLER TOLEDO)。

帕朱胶囊由东格尔药业有限公司提供。胡椒碱对照品购于中国药品生物制品检定所,批号 0775-9702 (含量测定用)。甲醇 (色谱纯)、水为 Millipore 超纯水器制备,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Phenomenex Luna C₁₈ 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 甲醇水 (70:30); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 328 nm; 柱温: 25 $^{\circ}$ C; 进样量: 10 μ L。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取胡椒碱对照品适量,加无水乙醇制成 0.545 mg/mL 溶液,即得。

2.3 供试品溶液与阴性对照溶液的制备 取本品内容物细

收稿日期: 2007-04-24

作者简介: 魏立新 (1967~), 男, 理学博士, 主要从事藏药的化学成分及药理作用研究, 电话: 0971-6143668, E-mail: lxwei@mwjph.ac.cn.

粉约 1.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入无水乙醇 40 mL,遮光超声提取 40 min,放冷,过滤,滤液定容到 50 mL 棕色量瓶,摇匀,微孔滤膜 (0.45 μm) 滤过,即得。同法制备缺萆茛和胡椒药材的阴性对照溶液。

2.4 线性关系考察 用无水乙醇制成胡椒碱对照品储备液 (0.545 mg/mL),依次稀释成质量浓度为 0.272, 0.136, 0.068, 0.034, 0.017 mg/mL 的系列对照品溶液,注入液相色谱仪,测定。以色谱峰面积值对胡椒碱对照品溶液的质量浓度进行回归,得回归方程为: $Y = 2.33 \times 10^4 X - 9.65$, $r = 1.0000$ 。结果表明:胡椒碱在 0.17 ~ 5.45 μg 范围内与峰面积呈良好线性关系。

2.5 精密度试验 取同一对照品溶液 10 μL,连续进样 5 次,测胡椒碱峰面积,其 RSD 为 1.30%。

2.6 稳定性试验 精密吸取于室温下放置的同一份供试品溶液 10 μL,分别于 0, 2, 6, 8, 20, 48 h 进样,测定。结果胡椒碱峰面积的 RSD 为 1.55%。结果表明供试品溶液在 48 h 内稳定。

2.7 重复性试验 取同一批样品 6 份,制备供试品溶液,进样测定。结果胶囊中胡椒碱峰面积的 RSD 为 0.87%。

2.8 加样回收率试验 采用加样回收法。分别精密称取样

品约 1.0 g (约含有胡椒碱 2.70 mg) 9 份,分成高、中、低 3 组,加入一定量的胡椒碱对照品,制备供试品溶液,进样测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果 (n=9)

取样量 /g	样品中胡椒碱量 /mg	胡椒碱加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
0.998 2	2.722 1	4.08	6.757 2	99.34		
1.000 9	2.729 4	4.10	6.826 3	99.95		
0.989 4	2.698 1	3.97	6.653 0	99.77		
1.001 5	2.731 1	2.39	5.082 6	99.25		
1.001 5	2.728 1	2.26	4.990 2	100.04	99.64	1.30
1.000 4	2.734 6	2.51	5.259 6	100.28		
0.998 9	2.724 0	1.65	4.409 1	100.80		
0.997 0	2.718 8	1.54	4.113 6	96.59		
0.996 5	2.717 4	1.49	4.236 6	100.69		

2.9 样品的测定 取帕朱胶囊样品 4 批,批号为 20060301、20060901、20050401 的 3 批及自配的帕朱胶囊样品一批 (编号为 zz001),制备供试品溶液,测定其中胡椒碱的含量,结果见图 1 和表 2。

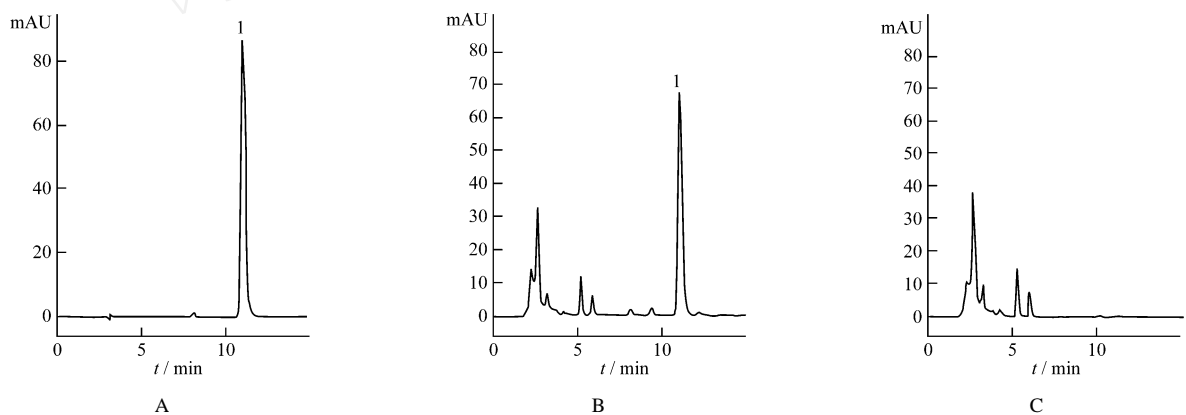


图 1 HPLC 色谱图

A. 胡椒碱对照品 B. 帕朱胶囊样品 C. 阴性对照 1. 胡椒碱

表 2 帕朱胶囊中胡椒碱的测定结果

批号	胡椒碱含量 /mg/g	胡椒碱含量平均值 /mg/g
20050401	2.64	
20060301	1.99	2.39
20060901	2.73	
zz001	2.21	

3 讨论

3.1 本实验所建立的帕朱胶囊中胡椒碱含量 HPLC 测定法,专属性强、简便易行。4 批帕朱胶囊样品的胡椒碱含量既在一定范围之内,又有差别,因此能体现质量控制的可行性和可信性。

3.2 胡椒碱具有抗实验性胃溃疡作用,能抑制大鼠或小鼠胃黏膜损伤。建立帕朱胶囊中胡椒碱的含量测定方法,对治

疗胃病类藏药药效作用的研究提供了重要工具和手段。

3.3 帕朱胶囊由 11 味药物组成,其中含有 2 种矿物药和 9 种植物药,其质量控制应同时包括植物药和矿物药。因此,在随后的质量标准提高研究时,还应该考虑其矿物药的质量控制方法。

参考文献:

- [1] 周宜强. 帕朱胶囊治疗中晚期肿瘤临床观察 [J]. 中华中医药杂志, 2006, 21 (2): 127-127.
- [2] 王黎军. 帕朱胶囊对中晚期肺癌患者免疫功能的影响 [J]. 中国中医基础医学杂志, 2005, 11 (10): 791-792.
- [3] 周宜强. 帕朱胶囊治疗中晚期肺癌 60 例 [J]. 中医杂志, 2006, 47 (2): 121-122.