

复方板蓝根冲剂中靛蓝、靛玉红的含量测定

许家鸾 王京霞 (浙江省中医院, 杭州 310006)

摘要 以甲醇—水—甲酸为流动相, 用反相高效液相色谱法测定复方板蓝根冲剂中靛蓝、靛玉红的含量, 结果表明该法简便, 快速, 灵敏, 重现性好。

关键词 复方板蓝根冲剂 靛蓝 靛玉红 反相高效液相色谱法

复方板蓝根冲剂系我院经验方, 由板蓝根、大青叶、大力子等组成。已有报导以直接比色法^[1]、双波长薄层扫描定量法^[2]、高效液相色谱法^[3]、一阶导数光谱法^[4]等测定生药中靛蓝、靛玉红的含量, 但未见复方板蓝根冲剂中靛蓝与靛玉红含量测定方法的报导。为保证制剂质量, 采用反相高效液相色谱法对复方板蓝根冲剂中靛蓝、靛玉红的含量进行了测定, 并对色谱分离条件的选择, 样品的预处理进行了研究。

1 仪器与药品

1.1 仪器 Beckman 334型高效液相色谱仪(包括110B双泵, 163可变波长紫外检测器, 421A控制器, 427积分仪)

1.2 药品 靛蓝、靛玉红标准品(卫生部药品生药制品检定所), 以上标准品用面积归一化法测试其含量均在99%以上。甲醇为HPLC纯, 甲酸、丙酮为分析纯, 水为全玻璃双重蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为Ultrasphere™ ODS (5μm, 4.6 mm×250mm), 流动相: 甲醇—水—甲酸(80—20—1), 流速1.0 ml/min 紫外检测波长289 nm, 衰减8, 纸速0.25 cm/min, 满量程吸光度0.02 AVFS

2.2 标准液的制备及标准曲线的绘制

精密称取靛蓝、靛玉红标准品各5 mg, 分别置10 ml容量瓶中, 用丙酮溶解并稀释至刻度为标准液, 然后取靛玉红标准液1 ml, 靛蓝标准液2 ml置5 ml容量瓶中, 用甲醇稀释至5 ml配成标准混

合液, 用微量进样器吸取标准混合液20、15、10、7.5、5 μl 进样, 以所测峰高为横坐标, 含量为纵坐标作标准曲线, 计算得线性方程:

靛蓝: $y = -0.3715 + 0.04496x$ ($r = 0.9996$)

靛玉红: $y = -0.1645 + 0.02472x$ ($r = 0.9985$)

标准溶液色谱图见图1:

2.3 精密度试验

精密称取8份冲剂粉末, 提取方法见2.5.1, 进样20 μl, 计算标准偏差s和变异系数CV见表1

表1 精密度试验

样 品	$\bar{x}$	s	CV(%)
靛 蓝	11.76	0.2340	1.99
靛 玉 红	11.87	0.01209	0.10

$\bar{x}$ 为峰高值。

2.4 回收率实验

取冲剂样品(批号920628)7份, 精密称定, 其中一份作为对照, 另外6份加入标准混合液1 ml, 提取方法如前所述, 最后调整提取液体积为10 ml备用。将加标准混合液后测定的峰高值减去对照品提取液测得值再与标准混合液测得的峰高值比较, 求出所含量及平均回收率为: 靛蓝: 98.7% CV=1.2% (n=6)

靛玉红: 99.64% CV=0.9% (n=6)

从精密度试验及回收率实验可知本实验方法可行。

2.5 样品分析

2.5.1 提取方法 取冲剂样品适量研成细粉(过80目筛)混匀干燥,精确称取冲剂细粉20 g加氯仿150 ml置80℃水浴上,用沙氏提取器提取8 h冷水冷却,静置取上清液,样品残渣再次分次用氯仿提取至无色,合并提取液至50 ml容量瓶中加氯仿至刻度。从中取出氯仿提取液20 ml于水浴上挥去氯仿,加丙酮5 ml溶解残渣,用甲醇定容至10 ml刻度试管中备用。

2.5.2 样品色谱图 见图2

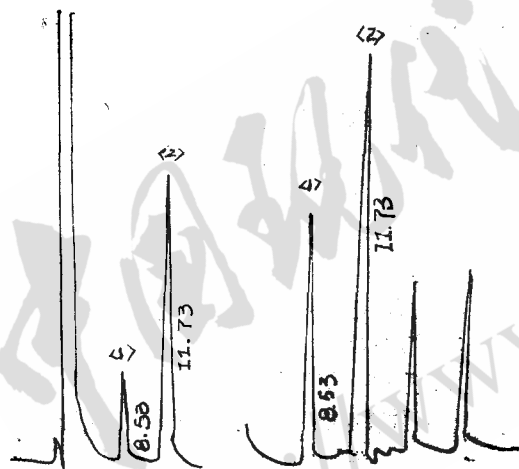


图1 标准液色谱图

图2 复方板蓝根冲剂色谱图

(1)靛蓝 (2)靛玉红

2.5.3 样品测定结果见表2

3 讨 论

3.1 在复方板蓝根冲剂的HPLC测定中,根据靛蓝、靛玉红标准品的保留时间可以确定样品液中靛蓝与靛玉红的吸收峰。在靛玉红吸收峰后面总是有并排2个吸收峰,高而尖锐有待进一步研究。

表2 样品测定结果

样 品 批 号	靛 蓝 (mg/g)	靛 玉 红 (mg/g)
911104	0	0.1324
920104*	0.1267	0.1771
920308*	0.1593	0.1571
920328*	0.9773	0.1510
920417	0.02929	0.03481
920524*	0.02431	0.5477
920628	0.1134	0.4139

*为临床病人反映疗效较佳者

3.2 从样品测定结果可知:临床反映疗效较佳者,其靛玉红含量均大于0.1510 mg/g,于是我院就以靛玉红含量指标作为复方板蓝根冲剂的质控标准。

3.3 本实验在选择有机溶剂时,选用丙酮溶解样品,因为样品中靛蓝、靛玉红在丙酮中的溶解度大,且丙酮极性较甲醇小,在以甲醇-水-甲酸为流动相的情况下较易保留,使峰形尖锐可测量。

参 考 文 献

- 1 邓伯林.青黛中靛蓝与靛玉红直接比色测定法.中草药,1986,17(4):19~20
- 2 赵萍萍,罗亨明,余朝菁.靛玉红的双波长薄层扫描定量法.中药通报,1981,6(4):28~30
- 3 戴富宝,乔传卓,李玲.HPLC法测定青黛中靛蓝和靛玉红的含量的研究.药科学报,1986,21(11):868~871
- 4 朱品业,罗晓华.一阶导数光谱法测定青黛中靛蓝和靛玉红含量的研究.中成药,1989,11(5):15~17

Determination of Indigo And Indirubin In Compound Banlangen Granules

Xu Jialuan, Wang Jinxia

(Zhe Jiang hospital of traditional chinese medicine, Hang zhou 310006)

Abstract A HPLC method has been developed for the determination of indigo and indirubin in Compound Banlangen Granules under the following conditions, flow rate, 1.0 ml/min Detector, 163 various detector at 289 nm sensitivity, 0.02 AUFS Attenuation, 8, chart speed 0.25 cm/min. The mobile phase was methanol-water-formic acid (80-20-1). The method has a good linearity ($r=0.9996$, $n=6$). The average recovery of indigo is 98.7% with $CV=1.2\%$ $n=6$ and that of indirubin is 99.64% with $cv=0.9\%$ ($n=6$).

This method is sensitive rapid, simple and showed good reproducibility.

Key words Indigo Indirubin Compound banlange cranules HPLC

(Original article on page 33)