

复方板蓝根颗粒定量方法的研究

孙立新 佟立今 毕开顺(沈阳 110015 沈阳药科大学药学系)

摘要 目的: 建立复方板蓝根颗粒中靛蓝和靛玉红的含量测定方法。方法: 采用反相高效液相色谱法, 固定相为 Spherisorb C₁₈ 柱, 以醋酸铵-甲醇(37: 63, v: v) 为流动相, 检测波长 280nm, 测定该制剂中靛蓝和靛玉红的含量。结果: 靛蓝平均回收率为 99.2%, RSD 为 1.0%; 靛玉红平均回收率为 101.1%, RSD 为 1.8%。结论: 本法操作简便, 结果准确, 可以作为复方板蓝根颗粒的质量控制指标。

关键词 复方板蓝根颗粒; 靛玉红; 靛蓝; 高效液相色谱法

A study on the Quantitative Method of Indigo and Indirubin in Fufang Banlangen Keli

Sun Lixin, Tong Lijin, Bi Kaishun(Depamnent of Pharmacy, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110015)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish an accurate method for the determination of indigo and indirubin in Fufang Banlangen Keli. **METHOD:** The HPLC method was employed with a spherisorb C₁₈ column(4.6mm×250mm). 0.1 mol/L ammonium acetate-methanol (37: 63, v: v) was as the mobile phase, The wavelength of detection was 280nm. **RESULTS:** The mean recoveries for indigo and indirubin were (99.2±1.0)% and (101.1±1.8)%, respectively. **CONCLUSION:** The method was simple, accurate and suitable for assay of indigo and indirubin in the preparation.

KEY WORDS Fufang Banlangen Keli; indirubin; indigo; HPLC

复方板蓝根颗粒是由板蓝根和大青叶组成。具有清热解毒、凉血消肿的作用,多用于流感、腮腺炎、肝炎等疾病的治疗。复方板蓝根颗粒收载于卫生部药品标准(中药成方制剂第十二册,WS3-B-2377-97),其质量标准采用茚三酮显色法鉴别,没有含量测定方法。杨芬等采用薄层层析-分光光度法测定复方板蓝根颗粒的含量,但此法操作烦琐。本文采用反相高效液相色谱法测定复方板蓝根颗粒中靛蓝和靛玉红的含量。

1 仪器与材料

仪器 日本岛津公司高效液相色谱仪 LC-6A 系列;LC-6A 溶剂输送泵;SPD-6AV 紫外-可见分光检测器;LC-R3A 数据处理装置;712520μL 定量进样阀。

对照品靛蓝、靛玉红(中国药品生物制品检定所);氯仿为分析纯;醋酸铵为分析纯;甲醇为色谱纯;水为重蒸水;复方板蓝根颗粒(市售)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及系统适用性

Spherisorb C₁₈ 柱(4.6mm×250mm,10μm),流动相为 0.1mol/L 醋酸铵-甲醇(37: 63, v: v),流速 1.0mL/min,检测波长 280nm,柱温为室温,按靛玉红计算理论塔板数为 2000。

2.2 标准曲线的制备

精密称取靛蓝 1.45 mg、靛玉红 2.40 mg 于 50mL 量瓶中,用氯仿溶解并稀释至刻度。精密吸取 0.4、0.8、1.2、1.6、2.0mL 分别于 5mL 量瓶中,用氯仿稀释置刻度。分别进样 20μL,得色谱图,计算出回归方程。靛蓝回归方程: A = 18200C- 1450 r= 0.9998,靛蓝在 2.4~ 12.0μg/mL 范围内呈线性。靛玉红回归方程: A = 61600C- 3520 r= 0.9995 靛玉红在 3.8~ 19.0μg/mL 范围内呈线性。其中: A 是靛蓝或靛玉红的峰面积;C 是靛蓝或靛玉红的浓度。

2.3 专属性试验

复方板蓝根颗粒中板蓝根和大青叶的成分相似,主要是靛蓝和靛玉红。在上述色谱条件下,靛蓝的保留时间为 14.8min,靛玉红的保留时间为 17.4min。

2.4 样品测定

精密称取研细的样品 50.0,加氯仿 150mL,置水浴中加热回流 60min,过滤,滤液浓缩后置 5mL 量瓶中,用氯仿稀释至刻度,进样 20μL,得色谱图。由回归方程计算靛蓝、靛玉红的含量,样品色谱图及 3 批样品测定结果如图 1、表 1 所示。

表 1 复方板蓝根颗粒中靛蓝、靛玉红的含量测定结果

No.	靛玉红	RSD	靛蓝	RSD
	μg/10g	%	μg/10g	%
980820	16.9	2.2	3.7	1.7
980824	14.6	1.7	3.3	1.8
980828	13.8	1.6	3.1	1.9

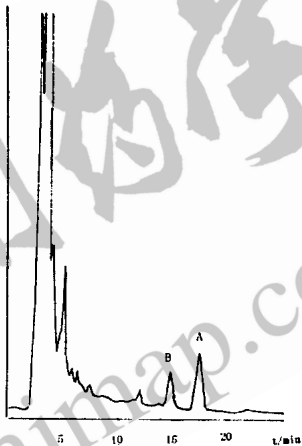


图 1 复方板蓝根颗粒的色谱图

A- 靛玉红 B- 靛蓝

2.5 重复性试验

精密称取样品(批号: 980820)5 份,按样品含量测定方法操作,靛蓝的平均含量为 3.7μg/10g, RSD% 为 1.7%;靛玉红的平均含量为 16.9μg/10g, RSD% 为 2.2%。

2.6 加样回收率试验

精密称取样品(批号: 980820)4 份,分别精密加入不同量的靛蓝和靛玉红对照液,按样品含量测定方法操作,计算回收率,结果见表 2。

表 2 回收率试验结果

成分	含量 /μg	加入量 /μg	测得量 /μg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
靛蓝	3.7	1.2	4.875	97.9	99.2	1.0
	3.7	1.2	4.890	99.2		
	3.7	1.2	4.901	100.1		
	3.7	2.4	6.061	98.4		
	3.7	2.4	6.079	99.1		
	3.7	2.4	6.113	100.5		
靛玉红	16.9	2.0	18.974	103.7	101.1	1.8
	16.9	2.0	18.909	100.4		
	16.9	2.0	18.882	99.1		
	16.9	2.4	19.309	100.2		
	16.9	2.4	19.323	101.0		
	16.9	2.4	19.378	103.2		

3 讨 论

3.1 本文采用高效液相色谱法测定了复方板蓝根颗粒中靛蓝和靛玉红的含量, 操作简便, 结果准确, 可以作为复方板蓝根颗粒的质量控制指标。

3.2 复方板蓝根颗粒的氯仿提取液 24h 内稳定, 故应保证在 24h 内完成实验。

3.3 板蓝根和大青叶的有效成分是靛蓝和靛玉红, 但本文测定复方板蓝根颗粒中的靛蓝和靛玉红含量与板蓝根和大青叶药材中靛蓝和靛玉红的含量^[1]相比较低, 说明复方板蓝根颗粒水提醇沉的制备工艺不利于靛蓝和靛玉红的浸出。

3.4 样品提取方法及条件考察, 分别采用氯仿、乙醇为溶

剂, 加热回流不同时间, 比较靛玉红的含量, 结果见表 3。

表 3 不同提取时间和不同溶剂的提取效果比例

提取时间 /m in	乙醇		氯仿	
	靛蓝	靛玉红	靛蓝	靛玉红
30	2.5	13.2	3.4	15.2
60	2.8	14.3	3.7	16.9
90	2.7	14.6	3.6	17.1

结果表明样品用氯仿加热回流 60m in 较为适宜。

收稿日期: 2000- 04- 11