

高效液相色谱法测定平喘胶囊中薯蓣皂苷元的含量

李淑盈 郭增军¹ (西安 710075 西安星华药物研究所;¹ 西安 710061 西安交通大学药学院)

平喘胶囊是由穿山龙,甘草等四味中药组成的复方制剂,经分别提取,离心造粒,防潮包衣,装胶囊而成。具有宣肺降气,平喘止咳,化痰行瘀之功效^[1]。适用于肺失宣降,痰瘀互阻所出现的喘息气促,咳嗽频作,咯吐痰液等病症。本文采用 HPLC 法,用外标峰面积法测定其中的薯蓣皂苷元含量,作为控制该药的质量指标。现报导如下:

1 仪器、试剂及试药

1.1 仪器:JASCO UV-1575 紫外检测仪(日本)

JASCO PU-1580 高压液相泵(日本),色谱王工作站(日本),超声清洗器(KQ-100A 型):昆山市超声仪器厂。

1.2 试剂及试药:流动相甲醇为色谱纯,天津四友生物医学技术有限公司生产;其它试剂均为分析纯。

平喘胶囊:陕西星华药物研究所自制。

薯蓣皂苷元对照品:陕西汉中地区药检所提供。

2 试验方法与结果

2.1 色谱条件及系统适应性研究:

采用 HPLC 法测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填料;甲醇为流动相,紫外扫描确定检测波长为 210nm,与文献报道^[2]一致。柱温:室温,灵敏度:0.08AUFS;流速:1.0ml/min,理论板数按薯蓣皂苷元(C₂₇H₄₂O₃)峰计应不低于中国现代应用药学杂志 2002 年 9 月第 19 卷第 7 期

2500。

2.2 样品溶液的配制

2.2.1 对照品溶液的配制 精密称取于 105°C 干燥至恒重的薯蓣皂苷元对照品约 20mg,置 10ml 量瓶中,加无水乙醇适量,超声 10 分钟,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀、即得。

2.2.2 供试品溶液的配制 取平喘胶囊内容物研细,精密称量(约相当于 10 粒胶囊装量),加 4mol/L 的盐酸 20ml,水浴回流提取 3h,空气冷却后,再加入氯仿回流萃取两次,每次加氯仿 20ml,热水回流萃取 15 分钟,合并两次萃取液,挥去氯仿,残渣用无水乙醇溶解后转移置 10ml 量瓶中,超声 10 分钟,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀、过滤、取续滤液备用。

2.2.3 阴性样品溶液的配制 按处方量称取除去穿山龙的其它药材浸膏粉,按供试品处理方法制成阴性样品溶液。

2.3 标准曲线制作

精密量取上述对照品溶液 2.4、6.8、10 μ l 分别进样,测定峰面积,以进样量对峰面积进行线性回归,结果见表 1。

表 1 线性试验结果

进样量 Ms(μ l)	2	4	6	8	10
峰面积	1022797	2119187	3061743	4091279	5156775

回归方程: $A = 18340.0 + 512002.4 M$ $r = 0.9997$

2.4 加样回收试验

取平喘胶囊内容物,研细,精密称取内容物适量。按样品含量测定项下方法测定含量。另精密称取内容物适量。加入一定量的薯蓣皂苷元对照品同法进行含量测定,测得量与已知量之差为回收量,与实际加入量相比较,即得回收率,结果见表2。

表2 加样回收试验结果

序号	已知量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)
1	3.27	1.81	5.15	1.88	103.9
2	3.28	0.78	4.07	0.79	101.2
3	3.50	2.71	6.11	2.61	96.3
4	3.86	3.26	7.19	3.33	102.2
5	3.69	3.71	7.41	3.72	100.3
6	3.76	1.28	5.01	1.25	97.7

平均回收率:100.3±2.8%

2.5 样品含量测定

按照高效液相色谱法(中国药典95年版一部附录VI D)测定^[3]。分别精密量取对照品溶液。供试品溶液,阴性样品溶液各5ml,注入高效液相色谱仪。阴性样品溶液处无吸收峰,按外标法,以峰面积计算含量,结果见表3。

表3 样品测定结果

编号	含量(mg/粒)
1	1.54
2	1.68
3	1.59
4	1.70
5	1.66
6	1.65

2.6 重现性试验:

分别精密称取本品(编号2)。按以上方法测定含量,被测组分薯蓣皂苷元的含量呈良好的重现性。结果如下:

表4 样品重现性测定结果

序号	1	2	3	4	5
含量(mg/粒)	1.65	1.69	1.60	1.72	1.70
平均值(mg/粒)			1.67		
RSD(%)			1.6		

2.7 精密度试验

取本品(编号2)1份,按含量测定方法进行含量测定,分别进样5次,结果表明该含量测定方法精密度良好。结果见表5。

表5 样品精密度测定结果

序号	1	2	3	4	5
含量(mg/粒)	1.68	1.69	1.70	1.67	1.68
平均值(mg/粒)			1.68		
RSD(%)			1.6		

3 讨论

3.1 穿山龙为平喘胶囊的主药之一,通过HPLC法对其中所含薯蓣皂苷元的含量进行测定,对控制产品质量,提高药效很有必要,同时,应用此方法对穿山龙药材及浸膏中薯蓣皂苷元含量进行了测定,结果准确,操作简便。

3.2 通过对薯蓣皂苷水解酸浓度及水解时间的考察,确定了以4mol/L的盐酸3小时,其薯蓣皂苷水解较为完全,结果见表6、表7。

表6 薯蓣皂苷水解盐酸浓度的考查

盐酸浓度(mol/L)	2	4	6
薯蓣皂苷元含量(mg/g)	2.78	4.83	4.61

表7 薯蓣皂苷水解时间的考查

时间(小时)	1	2	3	4	5
薯蓣皂苷元含量(mg/g)	3.16	3.78	4.06	4.04	4.05

3.3 通过对酸水解液及药渣中薯蓣皂苷元的含量测定,明确了水解的薯蓣皂苷元主要存在于药渣中,最终确定了样品的制备方法为加氯仿于酸水解后的药渣中回流提取的方法。

参考文献

1 江苏新医学院. 中药大辞典. 上海:上海人民出版社1977.
2 杨文远 穿山龙中薯蓣皂苷元的测定法与宁夏药物资源的开发. 宁夏大学学报(自然科学版)1995,16(2):25-27.
3 中国药典. 95年版一部附录.

收稿日期:2000-05-30