

大枣齐墩果酸含量测定

陈静 唐荣

(广东省深圳市龙岗中心医院 深圳 518116)

摘要:目的 采用 HPLC 法测定大枣中齐墩果酸的含量。方法 采用高效液相色谱法测定齐墩果酸的含量。结果 该法表明齐墩果酸在 0.211~5.20ng 的含量范围内线性关系良好,回归方程为 $A=4253C+98.11$,相关系数 $r=0.9993$,加样回收率为 98.01%, $RSD=1.12\%$ 。结论 用 HPLC 法测定大枣中的齐墩果酸的含量,结果准确,方法可行。

关键词: HPLC 法;齐墩果酸;大枣;含量测定

中图分类号 R 931.5 文献标识码 B 文献编号: 1671-4040(2004)01-0068-02

1 仪器和试剂

仪器: Water 510 HPLC 测定仪(美国),N2000 色谱数据处理软件。试剂: 甲醇为色谱纯,水为注射用水,其他试剂均为分析纯。对照品: 齐墩果酸对照品(供含量测定用,中国药品生物制品检定所提供)。样品: 大枣(亳州药材市场 1#,南昌市副食品市场 2#,南昌市药店 3#)。

2 色谱条件

色谱柱: C_{18} 色谱柱 (Type Waters, 4.6 伊 150mm)。流动相: 乙睛: 甲醇: 水 (70 : 16 : 14)。检测波长: 215nm, 流速 0.8mL/min。理论塔板数按齐墩果酸峰计算不得低于 1 500, 保留时间约 7.9min。

3 溶液的制备

3.1 对照品溶液制备 精密称取齐墩果酸对照品 4.12mg, 置 50mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀即得 (每 1mL 对照品溶液含齐墩果酸 0.0824mg)。

3.2 供试品溶液的制备 取药材大枣粉末 4g, 精密称定, 加石油醚 (60~90益) 20mL, 浸泡 10min, 超声处理 10min, 滤过, 弃去石油醚液, 滤渣晾干, 放入索氏提取器中, 加乙醚溶液适量, 回流 2h, 取出, 放冷, 滤过, 乙醚提取液低温回收乙醚至约 1mL, 用甲醇定量转移至 50mL 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

4 含量测定方法的建立

4.1 测定方法 分别精密吸取对照品溶液, 供试品溶液各 20 μ 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

4.2 线性关系的考察 精密称取齐墩果酸对照品溶液 (0.211mg/mL) 1mL、5mL、9mL、13mL、17mL、20mL) 置 20mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 得浓度为 0.0105、0.0525、0.0945、0.1365、0.1785、0.211mg/mL 的齐墩果酸对照品溶液, 分别吸取上述 6 种溶液各 20 μ 注入液相色谱仪测定, 以峰面积 A 为纵坐标, 浓度 C 为横坐标, 绘制标准曲线,

回归方程为 $A=4253C+98.11$, 相关系数 $r=0.9994$ 。结果表明, 齐墩果酸在 0.211~4.20ng 的范围内线性关系良好。

4.3 重复性试验 取 1# 大枣样品, 平行制备 6 份样品, 按样品测定法测定, 结果 0.1153%, RSD 为 1.29%。

4.4 精密度试验 精密吸取同一齐墩果酸对照品溶液 (0.082 4mg/mL) 20uL, 注入液相色谱仪中, 连续测定 6 次, 测定峰面积值, RSD 为 1.31%。

4.5 加样回收率试验 按加样回收率试验的要求, 用 1# 样品制备供试品溶液, 精密量取 6 份 5ml 供试品溶液, 分别置 10mL 量瓶中, 分别加入齐墩果酸对照品溶液 (0.082 4mg/mL) 置刻度, 按样品测定方法, 取未加对照品的供试品 5mL 置容量瓶中同法测定, 取 5mL 的总含量为本底值; RSD 为 1.12%;

表 1 大枣齐墩果酸回收率实验结果

本底值/mg	加入量/mg	测定值/mg	回收率(%)	平均回收率(%)
0.4612	0.4120	0.8688	98.93	98.01
0.4612	0.4120	0.8670	98.50	
0.4612	0.4120	0.8618	97.23	
0.4612	0.4120	0.8705	99.34	
0.4612	0.4120	0.8634	97.62	
0.4612	0.4120	0.8585	96.43	

4.6 样品测定 分别取上述 3 个大枣样品, 每个样品平行制备 3 个供试品, 分别吸取对照品溶液和供试品溶液各 20uL 注入高效液相色谱仪中, 测定。

表 2 大枣含量测定结果

批号	n	测定平均值(%)	RSD
1#	3	0.1153	1.23
2#	3	0.1385	1.54
3#	3	0.1021	1.39

5 讨论

5.1 由于齐墩果酸与熊果酸性质相类似, 所以本实验采用供试品在乙醚中提取完全, 用氯仿转溶的方法, 以减少齐墩果酸的损失。

5.2 本次实验分别取了 3 种不同来源的样品进行

氯霉素胶囊制粒工艺研究

徐恋峰¹ 范洪亮² 曹艳林²

(1 江西省监狱局中心医院 新建 330100; 2 江西国药有限责任公司 南昌 330002)

摘要:目的 研究氯霉素胶囊的制粒工艺。方法 针对粘合剂的种类和用量进行试验,用溶出度作为指标评价结果。结果 采用 8%PVP 的 50%乙醇溶液做粘合剂的结果最佳。结论 采用该粘合剂制备的颗粒完全符合氯霉素胶囊的制备要求,设计方案可靠。

关键词 氯霉素 胶囊 颗粒 制备工艺

中图分类号 R 943 文献标识码 B 文献编号: 1671-4040(2004)01-0069-02

氯霉素是常用的广谱抗生素之一,其制剂类型众多,临床用药广泛。本文针对其胶囊工艺中颗粒制备过程进行了研究,并作了一定的改进,以提高其有效成分的溶出,改善吸收。

1 仪器和试液

仪器:JB-10 型搅拌机,WK 型颗粒机,ZRS-4 型智能溶出度试验仪,PE lambda11 型紫外-可见分光光度仪;所有药用试剂与辅料均符合药用标准。

2 分析检测方法建立

溶出度的测定:采用紫外分光光度法测定样品中氯霉素的溶出度,取本品胶囊(含氯霉素 0.25g)6 粒,置于溶出仪转篮,转速为 100r/min,以盐酸(9→1 000)为溶剂,37℃,依法操作,30min 后,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液 5mL,置 50mL 量瓶中,加盐酸溶液(9→1 000)稀释至刻度,摇匀,用分光光度计在 278nm 处测定吸收度,按氯霉素的百分吸收系数为 298 计算溶出度。

3 颗粒制粒条件设计

3.1 颗粒的制备方法 称取一定量的氯霉素原粉和辅料,放入搅拌机中,搅拌均匀后,加入一定量的粘合剂,搅拌一定的时间后制成软材。放入颗粒机中,用 16 目的筛网,制成颗粒。干燥后整粒,装胶囊。

3.2 颗粒制粒条件设计 因氯霉素颗粒制粒过程主要影响因素为粘合剂的浓度和种类,故考虑了 3 种不同的粘合剂及 3 个不同的浓度,见表 1。

测定,结果表明,3 个样品之间含量有所差别。食用的大枣较新鲜,同时水分也较高。

5.3 供试品的提取时间与长短与提取效果有一定的联系,在比较 1,2,4 h 3 种提取时间后,最终选择了 2h 的提取时间。

5.4 齐墩果酸不溶于石油醚,所以本实验用石油醚提取后,再用乙醚提取,以减少杂质的干扰。

表 1 不同粘合剂及浓度表			
	淀粉浆	PVP50%乙醇溶液	CMC-Na
1	5%(1)	5%(2)	5%(3)
2	8%(4)	8%(5)	8%(6)
3	10%(7)	10%(8)	10%(9)

按照上述表格设计了 9 种试验方案,制备了 9 种颗粒,制成胶囊,测定溶出度,结果见表 2。

根据上述结果判断,用 5%PVP 溶液为最好的粘合剂,但 5%PVP 溶液作粘合剂时,颗粒粉末太多,装量差异不好,故最后选用 8%PVP 溶液作为粘合剂。

表 2 9 种颗粒测定结果							
颗粒号	溶出度(%)						
1	71	71	72	75	70	73	
2	68	69	68	70	70	71	
3	65	64	65	70	68	72	
4	85	84	86	87	83	85	
5	83	83	82	82	82	82	
6	81	81	80	80	80	80	
7	77	78	76	77	77	76	
8	75	76	74	75	76	74	
9	72	71	72	73	74	72	

3.3 批样品的重现性试验 按处方制备 3 批氯霉素胶囊(试验批号)按标准进行检测,见表 3,结果表明批次之间测定结果无明显差异,设计方案结果是可靠的。

表 3 3 批样品的测定结果						
试验批号	鉴别(1)	鉴别(2)	干燥失重(%)	溶出度	装量差异	含量测定(%)
0303001	符合规定	符合规定	0.8	符合规定	符合规定	98.5
0303002	符合规定	符合规定	0.7	符合规定	符合规定	98.7
0303003	符合规定	符合规定	0.8	符合规定	符合规定	99.3

参考文献

[1]谢莹,杭太俊,称赞.高效液相色谱法测定中药齐墩果酸和熊果酸的含量[J].中国药学杂志,2001,26(9): 615~616

[2]丁晴,徐德然,王峰涛.HPLC 法测定六味地黄丸和六味地黄胶囊中齐墩果酸和熊果酸的含量 [J]. 中国中药杂志, 2002, 27(8): 587~589

(收稿日期:2003 - 12 - 18)