

睡宝丹质量标准研究

于欢 刘雪坤*
通化师范学院 吉林 通化 134001

【摘要】 目的 建立睡宝丹的质量标准控制。方法 采用高效液相色谱法测定睡宝丹中盐酸小檗碱和盐酸巴马汀的含量。色谱条件: 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 乙腈-0.05mol.L⁻¹ 磷酸二氢钾缓冲液 (30 : 70) 为流动相; 流速为 0.8ml . min⁻¹, 检测波长为 348nm。结果 盐酸小檗碱和盐酸巴马汀在 0.066 ~ 0.199, 0.022 ~ 0.065μg, 范围内, 呈线性关系, 符合外标法定量测定的要求“范围内与峰面积有良好的线性关系, 回归方程为, $y=56515x-5472$ ($r=1$), $y=57942x-1698$ ($r=1$))。平均回收率为 102.9%, RSD=1.5%, 99.1%, RSD=2.4%。结论 该方法准确、可靠、专属性强, 可用于睡宝丹的质量控制。

睡宝丹水泛丸由首乌藤、合欢、桑葚、徐长卿、丹参、红参、远志、石菖蒲、枣仁(炒)、黄连、琥珀、麦冬、西红花、茯苓、甘草等十五味中药组成, 15 味中药均为常用传统中药材。本实验对制剂中的盐酸小檗碱[1-3]和盐酸巴马汀进行含量测定, 为该制剂的质量控制提供分析方法。

一、仪器与试剂

(一) 仪器 日本岛津 LC-2010AHT 高效液相色谱仪; 日本岛津 UV-2201 紫外-可见分光光度计(日本); TG332A 十万分之一分析天平(上海天平仪器厂)。

(二) 药品和试剂 睡宝丹水泛丸(通化师范学院实验室自制, 批号: 190512、190313、190710); 盐酸巴马汀、盐酸小檗碱对照品(均由中国食品药品检定研究院提供)批号依次为: 110732-201108、110713-201212; 规格: 供含量测定用(含量分别以 86.2%、86.7% 计)。首乌藤、远志、丹参、红参对照药材, 购于中国食品药品鉴定研究院。乙腈为色谱纯, 水为纯化水, 其它试剂均为分析纯。胶 GF254(化学纯): 青岛海洋化工有限公司。

二、方法

(一) 盐酸巴马汀、盐酸小檗碱的含量测定

2.1.1 对照品溶液的制备: 取盐酸巴马汀对照品和盐酸小檗碱对照品适量, 精密称定, 加 60% 乙醇溶液制成每 1ml 分别含盐酸巴马汀 5μg、盐酸小檗碱 15μg 的混合溶液, 即得。

2.2.2 供试品溶液的制备: 取本品研细, 取约 1g, 精密称定, 置 25ml 量瓶中, 精密加入盐酸-甲醇(1→100)混合溶液 20ml, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 加盐酸-甲醇(1→100)混合溶液至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.1.3 系统适用性试验

取不含黄连的阴性对照样品。依上述方法进行测定。结果, 阴性样品色谱在与盐酸巴马汀、盐酸小檗碱对照品色谱峰相应的保留时间附近无干扰峰检出, 证明本方法合理可行。

2.1.4 精密度试验:

精密吸取对照品溶液 10μl, 注入液相色谱仪, 重复 6 次, 测定其色谱峰面积值。结果表明所用器具良好的精密性。

2.1.5 重复性试验:

取同一供试品, 依上述方法独立测定 6 份供试品峰面积, 盐酸巴马汀、盐酸小檗碱的相对标准偏差分别为 0.4% 和 0.3%。结果表明本方法具有良好的重复性。

2.1.6 稳定性试验:

取供试品溶液, 分别放置 0, 2, 4, 8, 12, 48h 按上述色谱条件测定峰面积。结果表明 48 小时内供试品溶液中盐酸巴马汀、盐酸小檗碱的含量基本稳定。

2.1.7 标准曲线制备

分别取盐酸巴马汀、盐酸小檗碱对照品约 10mg, 精密称定, 分别置 100ml 量瓶中, 用 60% 乙醇适量溶

解并稀释至刻度, 摇匀, 即得贮备液。分别精密吸取盐酸巴马汀贮备液 0.5ml、0.8ml、1ml、1.2ml、1.5ml 置 20ml 量瓶中, 在上述相对应的同一量瓶中, 分别精密加入盐酸小檗碱贮备液 1.5ml、2.4ml、3.0ml、3.6ml、4.5ml, 再用 60% 乙醇稀释至刻度, 摇匀。精密吸取上述 5 种溶液各 10μl 注入高效液相色谱仪测定, 以对照品浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 盐酸巴马汀和盐酸小檗碱的回归方程分别为, $y=57942x-1698$ ($r=1$), $y=56515x-5472$ ($r=1$), 盐酸巴马汀、盐酸小檗碱分别在 0.022 ~ 0.065μg, 0.066 ~ 0.199 范围内, 呈线性关系, 符合外标法定量测定的要求。

2.1.8 回收率试验

精密称取已知含量的供试品(批号: 140702, 盐酸巴马汀、盐酸小檗碱的含量分别为 0.019mg、0.07mg) 9 份, 每三份分别精密加入盐酸巴马汀对照品溶液(87.2344μg.ml⁻¹) 0.500ml、0.625ml、0.750ml, 在上述相对应的同一量瓶中每三个精密加入盐酸小檗碱对照品溶液(88.4340μg.ml⁻¹) 1.7ml、2.2ml、2.8ml, 依法测定, 计算回收率, 结果见表 1、表 2。

表 1 盐酸巴马汀回收率试验结果

NO	取样量 (g)	样品含量 (mg)	加标量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
1	0.5073	0.0190	0.0155	0.0339	96.13
2	0.5057	0.0190	0.0155	0.0339	96.13
3	0.5089	0.0190	0.0155	0.0339	96.13
4	0.5053	0.0190	0.0195	0.0385	100.00
5	0.5047	0.0190	0.0195	0.0389	102.05
6	0.5059	0.0190	0.0195	0.0385	100.00
7	0.5041	0.0190	0.0235	0.0428	101.28
8	0.5049	0.0190	0.0235	0.0426	100.43
9	0.5091	0.0190	0.0235	0.0425	100.00

表 2 盐酸小檗碱回收率试验结果

NO	取样量 (g)	样品含量 (mg)	加标量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
1	0.5073	0.0700	0.0552	0.1260	101.45
2	0.5057	0.0700	0.0552	0.1262	101.81
3	0.5089	0.0700	0.0552	0.1252	100.00
4	0.5053	0.0700	0.0696	0.1419	103.30
5	0.5047	0.0700	0.0696	0.1424	104.02
6	0.5059	0.0700	0.0696	0.1428	104.60
7	0.5041	0.0700	0.0888	0.1622	103.83
8	0.5049	0.0700	0.0888	0.1624	104.05
9	0.5091	0.0700	0.0888	0.1612	102.7