

HPLC 测定蒙药三臣丸胆红素含量

李瑞萍¹,白音夫^{2*},赵阳²,武雪琴²,任小伟²

(1. 内蒙古医院药剂处,呼和浩特 010017;2. 内蒙古自治区中蒙医研究所,呼和浩特 010020)

[摘要] 目的:采用 HPLC 测定三臣丸胆红素含量。方法:色谱柱 C₁₈(4.6 mm×200 mm, 5 μm);流动相甲醇-乙腈-1% 冰乙酸(88:10:2);流速 1 mL·min⁻¹;测定波长 453 nm。结果:胆红素 0.0118~0.472 μg 成线性关系($r=0.999$);回收率为 100.86%;RSD 1.86%;三臣丸胆红素平均质量分数 4.03 mg·g⁻¹。结论:采用本法测定三臣丸胆红素的含量,操作简便,准确可靠,可用于制定该药品的质量控制指标之一。

[关键词] 蒙药;三臣丸;胆红素;高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)06-0112-02

Ditermination of Bilirubin in Mongolia Drug Sanchen Pill by HPLC

LI Rui-ping¹,BAI Yin-fu^{2*},ZHAO Yang²,WU Xue-qin²,REN Xiao-wei²

(1. Hospital of inner Mongolia ,Huhaot 010017, China;

2 Institute of Traditional Chinese-Mongolia Medicine of Inner Mongolia, Huhaot 010020, China)

[Abstract] Objective:To develop a HPLC method for bilirubin in mongolia drug sanchen pill. Method:The analysis was carried out on a Kromasil C₁₈(4.6 mm×200 mm, 5 μm)and mobile phase was methanol-acetonitrile-1% glacial acetic acid(88:10:2) with a flow rate of 1 mL·min⁻¹ detection wavelenth was at 453 nm. Result: Bilirubin was linar in hte range of 0.0118 – 0.472 μg ($r=0.999$),RSD 1.86%. Conclusion: The method is qiuck simple and reproducible for the determination of bilirubin in mongolia drug sanchen pill.

[Key words] mongolia drug; sanchen pill; bilirubin; HPLC

三臣丸蒙药名图喜木勒-3,具有降火熄风功效,用于小儿温热高烧,肺热咳嗽,各种惊风。主要由人工牛黄、红花、天竺黄 3 味药材组成,收载于《中华人民共和国卫生部药品标准蒙药分册》。

1 材料

1100 型高效液相色谱仪。(美国 Agilentg 公司制造);NC-2000 中北色谱工作站;TG332A 型 1/10 万光电天平(湘仪制造);AS2060B 超声清洗仪(上海科学仪器公司制造)。

甲醇、乙腈色谱纯,由美国 Tedai 公司生产;冰乙酸为分析纯;水为三蒸水。胆红素(100077-200503)由中国药品生物制品检定所提供。三臣丸

由内蒙古中蒙医医院国家蒙药制剂中心生产。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 非罗门 Kromasil 色谱柱 C₁₈(4.6 mm×200 mm, 5 μm);流动相甲醇-乙腈-1% 冰乙酸(88:10:2);流速 1 mL·min⁻¹;波长 453 nm;柱温 30℃。

2.2 测定溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取胆红素对照品适量,用甲醇制成 0.59 g·L⁻¹的溶液,精密量取 1 mL 置 25 mL 量瓶内,加甲醇至刻度,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品(粉碎,研细,过 100 目筛)70 mg,精密称重,置 50 mL 具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 10 mL,称定质量,超声处理(功率 250 W,频率 40 kHz)30 min,放冷,再称定质量,用甲醇补足失去的质量,摇匀,静止,用 0.45 μm 滤膜滤过,即的。

[收稿日期] 2010-09-28

[通讯作者] * 白音夫, Tel: 13015108475, E-mail: yaohua2@sina.com

2.2.3 阴性对照品溶液的制备 取不含人工牛黄的药剂,按供试品制法制备。

2.3 线性关系考察 分别精密吸取已经配制好的胆红素对照品溶液,分别以 0.5,1,2,5,10,20 μL 进样按色谱法条件测定。求出回归方程为 $Y = 13.1 \times 10^6 X - 1.7 \times 10^4$ ($r = 0.999$),线性范围为 0.011 8 ~ 0.472 μg。

2.4 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 4 L,连续进样 5 次,测定胆红素峰面积,结果胆红素峰面积的 RSD 0.82%。

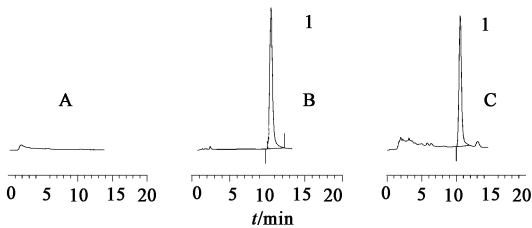


图 1 三臣丸色谱图
A. 阴性;B. 对照品;C. 样品;1. 胆红素

2.5 稳定性试验 取同一供试品溶液,分别于样品制备后第 0,2,4,8 h 进样 4 μL 测定胆红素峰面积,结果胆红素峰面积的 RSD 1.05%。

2.6 重复性试验 取 061211 批次样品,按 2.2 项下的方法制备 5 份样品。测定结果分别为 5.10, 5.07,4.96,4.98,4.93 mg·g⁻¹,RSD 1.5%。

2.7 回收率试验 取已知胆红素含量的三臣丸 35 mg,分别精密加入胆红素对照品溶液 0.25 mL(0.59 g·L⁻¹),按供试品方法制备,提取,过滤。按色谱条件测定。计算测定平均回收率。见表 1。

表 1 三臣丸胆红素加样回收率测定

No.	称样量 /mg	样品中量 /mg	加入量 /mg	测得值 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	35.10	0.176	0.1475	0.327	100.9		
2	35.00	0.175	0.1475	0.321	99.1		
3	35.10	0.176	0.1475	0.337	104.0	100.86	1.86
4	35.12	0.176	0.1475	0.329	101.5		
5	35.00	0.175	0.1475	0.320	98.8		

3 样品测定

分别吸取对照品溶液与样品溶液 4 μL,依上述色谱条件测定不同批号(050422,050110,060512,061211)胆红素含量。胆红素平均值分别为 4.1, 4.2,2.8,5.0 mg·g⁻¹ ($n = 5$)。

4 讨论

4 批样品测定表明,胆红素含量在 2.8 ~ 5.0 mg·g⁻¹,胆红素平均含量为 4.03 mg·g⁻¹,批次之间含量差异较大,分析其原因,主要是人工牛黄进货渠道不同引起。故制备该药品之前,必先由人工牛黄供货商提供质量标准,依法测定含量合格后才可入药。本法测定三臣丸胆红素的含量,操作简便,准确可靠,可以作为该药品中胆红素含量控制标准。

[参考文献]

[1] 吴琳,陈国章. HPLC 法测定氯芬黄敏片中胆红素含量[J]. 中国药业,2009,18(10):48.

[责任编辑 蔡仲德]