

简便,准确,可更好地控制苯酚制剂的质量。

由于苯酚遇光易氧化,使溶液颜色加深,影响实验结果,所以实验时应避光操作。

采用苯酚溶液紫外测定项下的波长;在实验过程中对色谱条件进行了考察,最后通过色谱系统适应性的几个指标:理论板数、分离度对称因子等的要求,认为以甲醇-水(85:25)为流动相时,其色谱分离效果较为理想。能充分满足实验需求。

《中华人民共和国药典》2010 年版收录了苯酚的含量测定方法(容量分析法),笔者在本实验建立测定

其含量的高效液相色谱法,测定结果表明使用高效液相色谱测定苯酚的含量与容量分析法测定结果一致,且操作简便,专属性强,可以有效控制其质量。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(二部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010:443.
 - [2] 张庆合. 高效液相色谱实用手册[M]. 北京:化学工业出版社,2008:269.
 - [3] 樊彩梅,孙彦平. 苯酚及其光催化降解中间产物的 HPLC 法同时测定[J]. 分析测试学报,2000,19(4):49-50.
- DOI 10.3870/yydb.2012.02.044

裸花紫珠制剂中毛蕊花糖苷含量测定

莫迎

(南宁食品药品检验所,530001)

摘要 目的 建立测定裸花紫珠制剂中毛蕊花糖苷含量的反相高效液相色谱法。方法 采用反相高效液相色谱法,色谱柱为 Shimadzu vp-ods(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相为乙腈-0.5% 磷酸溶液(18:82),流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长 332 nm,柱温 35 ℃。结果 毛蕊花糖苷线性范围为 0.1~0.9 μg,r=0.999 8(n=5),裸花紫珠分散片中毛蕊花糖苷平均加样回收率 98.68%(RSD=1.97%),裸花紫珠片中毛蕊花糖苷平均加样回收率 99.43%(RSD=1.95%),裸花紫珠胶囊中毛蕊花糖苷平均加样回收率 100.09%(RSD=1.60%)。结论 所建立的方法专属性强,可为科学评价裸花紫珠制剂的质量提供新的理论依据。

关键词 裸花紫珠;毛蕊花糖苷;色谱法,高效液相

中图分类号 R286;R927.1 **文献标识码** A

文章编号 1004-0781(2012)02-0245-03

裸花紫珠为马鞭草科植物裸花紫珠(*Callicarpa nudiflora* Hook. et Arn.)的干燥叶,被《中华人民共和国药典》1977 年版收载,以后历版《中华人民共和国药典》均未收载。目前裸花紫珠单味制剂在临床上主要用于抗炎、止血,应用较广的剂型有薄膜衣片、分散片、胶囊、栓剂等,国内研究该药多集中在总黄酮类^[2]、木犀草素^[3-5]、熊果酸^[6-7]、齐墩果酸^[8]等方面,而测定该药中毛蕊花糖苷含量的研究笔者尚未见报道。笔者在本研究以高效液相色谱法测定裸花紫珠分散片、裸花紫珠片、裸花紫珠胶囊中毛蕊花糖苷的含量,以期科学评价裸花紫珠制剂质量提供新的参考依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 LC-2010AHT 高效液相色谱仪(日本岛津),紫外检测器,LCsolution 色谱工作站。

1.2 试剂 毛蕊花糖苷对照品(中国药品生物制品

检定所提供,批号:111530-200505,含量测定用),乙腈(色谱纯),磷酸(色谱纯),水(超纯水),其余试剂均为分析纯。裸花紫珠分散片(成都华宇制药有限公司,批号:091008,091201,规格:每片 0.5 g,含干浸膏 0.25 g)、裸花紫珠片(海南九芝堂有限公司,批号:100700,800490,规格:每片含干浸膏 0.5 g)、裸花紫珠胶囊(江西杏林白马药业有限公司,批号:20100101,20110202,规格:每粒 0.3 g,含干浸膏 0.2 g)均为南宁食品药品检验所抽验及市售药品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:Shimadzu vp-ods(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相:乙腈-0.5% 磷酸溶液(18:82);流速:1.0 mL·min⁻¹;检测波长:332 nm;柱温:35 ℃;进样量 10 μL;理论板数按毛蕊花糖苷计不低于 5 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取毛蕊花糖苷对照品 9.98 mg,置 10 mL 量瓶,加 50% 甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液贮备液。精密量取贮备液 1 mL 至 20 mL 量瓶,摇匀,作为对照品溶液。

收稿日期 2011-05-22 修回日期 2011-07-06

作者简介 莫迎(1970-),女,广西南宁人,工程师,硕士,主要研究方向:食品药品质量标准。电话:0771-3904376,E-mail:moying0771@163.com。

2.3 供试品溶液的制备 取裸花紫珠分散片 20 片, 裸花紫珠片 20 片(除去包衣), 裸花紫珠胶囊(10 粒) 内容物, 精密称定, 研细, 分别取 0.5, 0.1, 0.25 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加 50% 甲醇溶液 50 mL, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 用 50% 甲醇补足质量, 摇匀, 过孔径 0.45 μm 滤膜, 作为供试品溶液。色谱图见图 1。

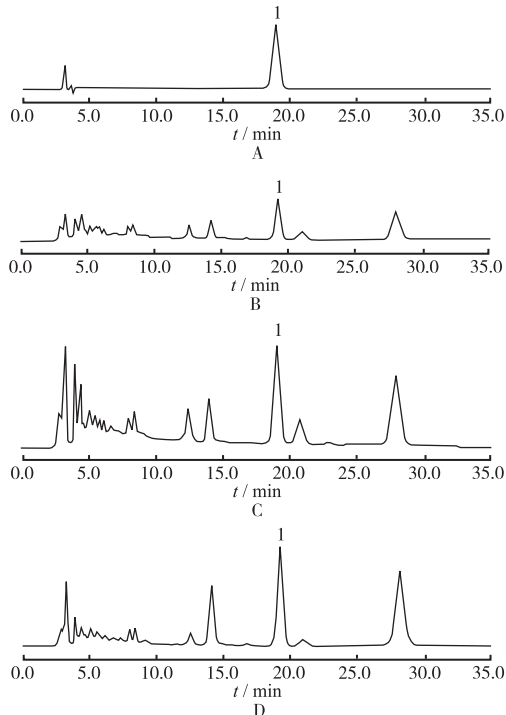


图 1 4 种溶液 HPLC 图

A. 毛蕊花糖苷对照品; B. 裸花紫珠分散片; C. 裸花紫珠片; D. 裸花紫珠胶囊; 1. 毛蕊花糖苷

2.4 线性关系考察 分别取 9.98, 29.94, 49.90, 69.86, 89.92 μg · mL⁻¹ 对照品溶液进样 10 μL, 测定峰面积, 以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 进行回归, 回归方程 $Y=1.2021 \times 10^6 X - 9486$, $r=0.9998$ 。表明毛蕊花糖苷在 0.1 ~ 0.9 μg 范围内线性关系良好。

2.5 精密度实验 取裸花紫珠片(批号:100700) 供试品溶液 1 份, 重复进样 6 次, 以峰面积计算得 RSD 为 0.96%。

2.6 重复性实验 取裸花紫珠分散片、裸花紫珠片、裸花紫珠胶囊样品, 分别按供试品溶液制备方法各平行制备 6 份溶液, 测定毛蕊花糖苷含量, 结果其含量 RSD 分别为 1.81%, 1.05% 和 1.29%。

2.7 稳定性实验 取重复性实验项下供试品溶液, 分别于 0, 5, 10, 16, 24 h 测定含量, 结果 RSD 分别为 0.95%, 0.77%, 0.71%, 表明供试品溶液在 24 h 内基

本稳定。

2.8 加样回收率实验 精密称取裸花紫珠分散片(批号:091201)、裸花紫珠片(批号:100700)、裸花紫珠胶囊(批号:20100101) 样品各 6 份, 分别精密加入 1.0028 mg · mL⁻¹ 对照品溶液适量, 挥干溶剂, 按供试品溶液制备方法各制备供试品溶液 6 份, 进行测定, 结果见表 1 ~ 3。裸花紫珠分散片中毛蕊花糖苷平均加样回收率 98.68%, RSD = 1.97%; 裸花紫珠片中毛蕊花糖苷平均加样回收率 99.43%, RSD = 1.95%; 裸花紫珠胶囊毛蕊花糖苷平均加样回收率 100.09%, RSD = 1.60%。

表 1 裸花紫珠分散片中毛蕊花糖苷加样回收率实验结果

编号	取样量/	原有量	加入量	测得量	回收率/
	g	mg	mg	mg	%
1	0.2512	1.1907	1.0028	2.1656	97.22
2	0.2561	1.2139	1.0028	2.2003	98.36
3	0.2483	1.1770	1.0028	2.2036	102.37
4	0.2468	1.1699	1.0028	2.1629	99.02
5	0.2566	1.2163	1.0028	2.1973	97.83
6	0.2480	1.1755	1.0028	2.1507	97.25

表 2 裸花紫珠片中毛蕊花糖苷加样回收率实验结果

编号	取样量/	原有量	加入量	测得量	回收率/
	g	mg	mg	mg	%
1	0.0526	2.6224	2.0056	4.6210	99.65
2	0.0542	2.7037	2.0056	4.6725	98.17
3	0.0567	2.8268	2.0056	4.7597	96.38
4	0.0567	2.8268	2.0056	4.8721	101.98
5	0.0543	2.7072	2.0056	4.7234	100.53
6	0.0521	2.5975	2.0056	4.6007	99.88

表 3 裸花紫珠胶囊中毛蕊花糖苷加样回收率实验结果

编号	取样量/	原有量	加入量	测得量	回收率/
	g	mg	mg	mg	%
1	0.1256	1.7690	2.0056	3.7890	100.72
2	0.1123	1.5817	2.0056	3.5604	98.66
3	0.1258	1.7718	2.0056	3.7512	98.69
4	0.1246	1.7549	2.0056	3.7568	99.82
5	0.1279	1.8014	2.0056	3.8003	99.67
6	0.1304	1.8366	2.0056	3.9015	102.96

2.9 样品测定 取裸花紫珠分散片、裸花紫珠片、裸花紫珠胶囊各 2 批, 按供试品溶液的制备方法依法操作, 分别测定 3 种制剂中毛蕊花糖苷的含量, 按上述色谱条件进样 10 μL, 以外标法计算毛蕊花糖苷含量, 结果见表 4。

3 讨论

毛蕊花糖苷为极性化合物, 笔者曾选用甲醇、50%

甲醇、乙醇、70% 乙醇进行实验,结果不同浓度的乙醇提取效果不佳且杂质干扰多,而 50% 甲醇提取效果较佳。通过比较加热回流、超声处理样品两种方式,结果提取效果无明显差异,从节约能源角度出发,采用超声处理。

表 4 样品测定结果

药物与批号	平均含量/(mg·g ⁻¹)	RSD/%
裸花紫珠分散片		
091008	5.58	0.94
091201	4.74	0.89
裸花紫珠片		
800490	47.48	0.68
100700	49.86	0.27
裸花紫珠胶囊		
20100101	14.08	0.59
20100402	14.18	0.43

紫珠制剂为临床各科的常用止血药物^[9],目前裸花紫珠制剂标准大部分都是采用分光光度法测定总黄酮类含量,专属性差。从不同生产企业生产的裸花紫珠剂型中毛蕊花糖苷含量测定结果来看,明显存在较大差异,薄膜衣片含量较高,分散片含量较低,相差十多倍,提示药材质量及生产工艺都有可能影响制剂质量。笔者在本实验建立的含量测定方法专属性强,为裸花紫珠

药材及其制剂的活性成分研究提供了新的理论依据。

参考文献

- [1] 林朝展,柴玲,蔡昭喜. 枇杷叶紫珠中苯乙醇苷类成分研究[J]. 中药新药与临床药理,2010,21(3):276-279.
- [2] 湛乐刚,宋永强. 分光光度法测定裸花紫珠药材水提取物中总黄酮的含量[J]. 华西药学杂志,2005,20(5):449-451.
- [3] 张洁,柳文媛,冯锋. 裸花紫珠的化学成分研究[J]. 海峡药学,2010,22(9):77-79.
- [4] 周国莉,林晓莲,程聪. HPLC 法测定裸花紫珠片中木犀草素的含量[J]. 长春中医药大学学报,2010,26(3):437-438.
- [5] 李志梅,谢秉湘. 高效液相色谱法测定裸花紫珠分散片木犀草素含量[J]. 医药导报,2010,29(11):1501-1502.
- [6] 秦树森,莫文电. 高效液相色谱法测定裸花紫珠胶囊中熊果酸的含量[J]. 中南药学,2009,7(10):756-758.
- [7] 张艳秋,洪金波,刘文林. HPLC 法测定裸花紫珠中齐墩果酸与熊果酸的含量[J]. 海南医学院学报,2009,15(1):5-7.
- [8] 边宝林,王宏洁,杨健. 5 种不同药材中毛蕊花糖苷含量比较[J]. 中国中药杂志,2010,35(6):739-740.
- [9] 颜冬兰,刘珊珊,宁云山. 紫珠属植物化学、药理及临床应用进展[J]. 中成药,2008,30(9):1361-1363.

DOI 10.3870/yydb.2012.02.045

甲硝唑致癲样发作 1 例

陆小儿

(浙江省宁波市医疗中心李惠利医院药剂科,315040)

关键词 甲硝唑;癲样发作

中图分类号 R978.1;R969

文献标识码 B

文章编号 1004-0781(2012)02-0247-01

患者,女,71 岁。有糖尿病史 10 余年,2011 年 3 月 20 日因血糖升高、糖尿病足并发感染入院。入院时患者神志清楚,体温 36.5℃。血常规:白细胞 29.1×10⁹·L⁻¹,随机血糖 29.8 mmol·L⁻¹。左足拇趾周围皮肤苍白,皮下肿胀,足背可见 4 cm×3 cm 和 1 cm×2 cm 皮肤结痂,足背皮温高,无渗液,无恶臭。入院后给予精蛋白锌重组赖脯胰岛素注射液;头孢地嗪 2.0 g 加 0.9% 氯化钠注射液 100 mL 静脉滴注,bid;0.5% 甲硝唑氯化钠注射液(民生药业公司生产,批号:21011241)100 mL 静脉滴注,bid。首次用药至第 5 天

上午用药后,无不适。2011 年 3 月 24 日 14:55,静脉滴注甲硝唑后,患者突发抽搐,双眼向右侧凝视,头偏向右侧,嘴角抽搐歪斜,持续时间约 30 s,反复发作。发作时神志清楚,无四肢抽搐,无尿失禁,无肢体偏瘫。发作时肌肉注射苯巴比妥钠 0.1 g,30 min 后症状逐渐消失。2011 年 3 月 26 日上午静脉滴注甲硝唑后复发,下午滴注甲硝唑过程中再次发作,症状同前。当日三餐前血糖分别为 7.9,13.2,16.5 mmol·L⁻¹。发作时肌肉注射苯巴比妥钠 0.1 g,30 min 后症状逐渐消失。2011 年 3 月 27 日停用甲硝唑后,继续使用其他药物,此症状未再发作,患者出院 2 个月后随访,该症状也没有再发作。住院期间行头颅 CT 检查未见异常,患者否认有癲史。

DOI 10.3870/yydb.2012.02.046

收稿日期 2011-07-02 修回日期 2011-08-15

作者简介 陆小儿(1968-),女,浙江余姚人,主任药师,学士,主要从事医院药学工作。电话:0574-87018814, E-mail: sjw104@126.com。