

• 临床研究 •

高效液相色谱法测定喉疾灵胶囊中表告依春、连翘苷、山豆根的含量

曾朝晖¹, 林明越²

(1. 佛山市南海区第八人民医院药剂科, 广东佛山 528200; 2. 佛山市中医院制剂中心, 广东佛山 528000)

摘要:目的 建立高效液相色谱测定喉疾灵胶囊中表告依春、连翘苷、山豆根含量的方法, 为喉疾灵胶囊的质量控制提供依据。方法 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)采用 Kromasil C18 柱, 流动相为甲醇-0.1%磷酸水溶液(90:10), 流速为 1 mL/min, 检测波长为 245 nm, 柱温为 30 ℃。结果 表告依春在 1.1~11 μg/mL 浓度范围内检测线性良好。表告依春、连翘苷、山豆根的平均回收率分别为 100.10%、99.16%、99.36%, 相对标准偏差(RSD)分别为 2.74%、0.97%、0.83%。结论 高效液相色谱法检测喉疾灵胶囊中表告依春、连翘苷、山豆根含量具有稳定、简便的优点。

关键词:喉疾灵; 板蓝根; 表告依春; 高效液相色谱法

DOI:10.3969/j.issn.1673-4130.2017.13.043

文献标识码:A

文章编号:1673-4130(2017)13-1835-02

喉疾灵胶囊是由人工牛黄、板蓝根、桔梗、连翘、山豆根等 12 种中药材成分组成, 具有清热、解毒、消肿止痛等作用, 可用于治疗扁桃体炎, 急性咽炎, 慢性咽炎急性发作的治疗^[1]。对中药成分的质量控制, 有文献报道了采用气相色谱仪(GC)测定药品中龙脑的含量^[2]、高效液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)法测定药品中连翘苷的含量^[3]。表告依春板蓝根为喉疾灵胶囊中的主要药材, 表告依春为板蓝根中的主要活性成分^[4], 为有效控制药品质量, 本院采用了高效液相色谱法对喉疾灵胶囊中表告依春、连翘苷、山豆根的含量进行了测定, 旨在对药品的质量控制提供数据。

1 材料与方 法

1.1 材料 喉疾灵胶囊为广东一片天医药集团制药有限公司产, 批号为 4014、140803、141202。

1.2 仪器与试剂 使用的仪器包括高效液相色谱仪(型号: LC3000 型, 北京创新通恒科技有限公司产)、电子天平[型号: AL204, 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司产]、超声波清洗机(型号: KQ3200B, 昆山市超声仪器有限公司产)。使用的试剂包括表告依春对照品(规格: 质量百分数≥98%, 中山森谱生物科技有限公司产)、甲醇(广东光华科技股份有限公司产)、磷酸(天津大茂化学试剂厂产)、连翘苷对照品(购自中国食品与药品检定研究院, 质量百分数: 98.9%)。实验用水为超纯水。

1.3 方法

1.3.1 色谱条件 色谱柱: Kromasil C18 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇-0.1%磷酸溶液(90:10), 检测波长: 245 nm, 流速: 1.0 mL/min, 柱温: 30 ℃, 进样量: 20 μL。

1.3.2 溶液的制备 (1)对照品溶液的配制: 提取山豆根、表告依春、连翘苷对照品 2.2 mg, 放在容量瓶中(10 mL), 对照品溶液采用甲醇超声溶解, 制成浓度为 0.22 mg/mL, 备用。(2)喉疾灵胶囊供试品的制备: 取喉疾灵胶囊 10 粒(每粒 0.25 g), 研细。精密称取 0.2 g, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入纯水 40 mL, 超声提取 30 min, 放冷, 加水定容至刻度。摇匀, 滤过, 取滤液作为供试品溶液。临用前用 0.45 μm 微孔滤膜过滤。

1.3.3 线性关系 精密吸取对照品溶液 0.5、0.25、0.125、0.1、0.05 mL, 用甲醇分别稀释到 10 mL, 即得到浓度分别为 11、5.5、2.75、2.2、1.1 μg/mL 的表告依春对照品溶液。吸取上述对照品溶液 20 μL 注入高效液相色谱仪中, 进行测定。以峰面积为纵坐标, 表告依春的质量浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

1.3.4 精密度试验 对照品进样 6 次, 采用甲醇稀释对照品

溶液 50 倍至 4.4 μg/mL, 采用色谱条件进行峰面积测定。

1.3.5 稳定性试验 在 0、2、4、8、12、24、48 h 进样, 选同一份供试品溶液测定, 采用色谱条件进行峰面积测定。

1.3.6 加样回收率 加入适量的对照品溶液, 在取约 2.0 mL/份已表告依春、连翘苷、山豆根的喉疾灵胶囊供试品溶液中, 采用色谱条件进行峰面积测定, 进行测定表告依春的含量, 计算回收率、相对标准偏差(RSD)。

1.3.7 浓度测定 取 3 个不同批号的供试品溶液, 注入 HPLC 仪, 进行测定, 计算供试品溶液中表告依春、连翘苷、山豆根的质量浓度。

2 结 果

2.1 色谱图 对照品溶液对应的保留时间是 13.23 min, 样品中对应的保留时间为 13.34 min。

2.2 线性关系 由标准曲线, 得到的表告依春回归方程为 $Y=95.030X+133.391$, $R^2=0.9967$, 说明表告依春在 1.1~11 μg/mL 表告依春在 1.1~11 μg/mL 浓度范围内检测线性关系良好。

2.3 精密度及稳定性 表告依春对照品溶液的 50 倍稀释液平均峰面积值为 551 549, RSD 为 1.2% (<3%), 说明精密度良好。供试品溶液的峰面积平均值为 282 498, RSD 为 1.6% (<3%), 说明供试品稳定性良好。

2.4 加样回收率 各样品的加样回收率见表 1。

表 1 样品的加样回收率

样品	样品量 (μg)	加对照品量 (μg)	测定总量 (μg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
表告依春	3.30	3.00	6.14	101.79	100.10	2.74
	3.30	3.00	6.07	101.45		
	3.30	3.00	5.92	98.19		
	3.30	3.00	6.09	98.95		
连翘苷	69.73	66.00	135.10	99.10	99.16	0.97
	69.73	66.00	134.92	99.84		
	69.73	66.00	134.15	97.73		
	69.73	66.00	135.71	99.97		
山豆根	10.61	6.13	9.46	98.81	99.36	0.83
	10.61	6.13	9.60	99.66		
	10.61	6.13	9.35	99.28		
	10.61	6.13	9.43	99.70		

2.5 浓度测定 批号 4014、140803、141202 的喉疾灵胶囊供试品中表告依春、连翘苷以及山豆根的含量测定, 见表 2。

表 2 喉疾灵胶囊供试品中表告依春、连翘苷以及山豆根的浓度检测

批号	表告依春		连翘		山豆根	
	浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	RSD (%)	浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	RSD (%)	浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	RSD (%)
4014	1.57	1.90	3.49	0.88	2.53	0.91
140803	1.56	1.86	3.68	1.10	2.61	1.02
141202	1.56	2.22	3.53	0.87	2.12	0.89

3 讨 论

喉疾灵胶囊由山豆根、天花粉、了哥王、土牛膝、板蓝根、连翘、桔梗、诃子、人工牛黄、珍珠层粉、冰片、猪牙皂等药材组成。方中山豆根、天花粉、了哥王为君药，具清热解毒、利咽消肿的作用；土牛膝、板蓝根、连翘为臣药，有加强清热解毒，利咽散结之效；桔梗为佐药，宣肺化痰，引药上行，以达清邪热利咽喉之效。诃子、人工牛黄、冰片、猪牙皂，为使药。诃子敛肺、下气从治失音，且性温又可防苦寒之品过于伤伐脏腑；人工牛黄清心利胆，祛痰利咽；珍珠层粉平肝安神，又具有良好的清痰收敛生肌，保护黏膜之功；冰片解郁止痛而令脏腑安和；猪牙皂祛痰解毒之功尤优^[4]。故上述药材配伍使用，共奏清热解毒、消肿散结、利咽止痛、逐外邪、平内火、降虚火，对咽喉红、肿、热、痛等症状有标本兼治的作用^[5]。板蓝根为喉疾灵胶囊中的臣药，其功效与喉疾灵胶囊的功效有类似之处，因此，板蓝根药材在喉疾灵胶囊疗效的发挥上起到重要作用，对其进行质量控制也很有必要^[6]。2015 年版药典中已把表告依春列为对板蓝根药材的质量控制指标性成分，因此，测定依春、连翘苷、山豆根含量检测有助于对喉疾灵胶囊的质量控制^[7]。对测定方法文献报道较多，多采用高效液相色谱法测定，色谱柱、检测波长、流速、柱温等色谱条件的选择均类似，仅在流动相的选择存在差别，流行相主要有水-乙腈-磷酸-三乙胺(8.5 : 90.72 : 0.73 : 0.05)、水-甲醇(10 : 90)，乙腈-0.5%磷酸水溶液(71 : 29)、甲醇-水梯度洗脱、乙腈-水梯度洗脱等^[8-12]。本试验选用乙腈-0.1%磷酸溶液(90 : 10)，分离度较高，能够达到良好的分离效果，改善峰形，可用于喉疾灵胶囊中各成分的测定。

• 临床研究 •

血液病患者血小板输注效果对比及无效原因分析

刘 洋, 崔若帅, 马春娅, 秦园园, 杨 璐, 汪德清, 潘纪春[△]

(中国人民解放军总医院输血科, 北京 100853)

摘要:目的 通过分析数据,探索影响血小板输注疗效的各项因素。方法 通过对纠正的血小板增殖(CCI)的计算,来判定血小板无效输注(PTR)的指标,研究 200 例患者 1 038 例次输注血小板的疗效。将并发症(感染、发热、脾大)和输注次数等作为考虑因素进行对比分析。结果 相同血液病的患者存在并发症组 PTR 发生率显著高于无并发症组,输注次数是影响 PTR 的重要因素,随着输注次数的增加,PTR 的发生率也随之增高($P < 0.05$)。结论 影响血小板输注效果的因素很多,包括免疫性因素和非免疫性因素,针对免疫性因素应采用血小板交叉配型,输注配型相合的血小板;针对非免疫性因素,要积极治疗,尽量避免。应严格控制血小板的输注量,以提高输注效果。

关键词:血液病; 血小板无效输注; 输注次数; 并发症

DOI:10.3969/j.issn.1673-4130.2017.13.044

文献标识码:A

文章编号:1673-4130(2017)13-1836-03

出血是导致恶性血液病患者死亡的重要原因之一,而血小板输注是其预防和治疗的—种有效的方法^[1]。血液病患者出

参考文献

- [1] 冯昭明,林培英,张丹,等.喉疾灵胶囊的药理作用[J].中药新药与临床药理,2000,11(1):48-49.
- [2] 和海龙,暴梅佳,梁海春,等.GC 法测定喉疾灵胶囊中龙脑的含量[J].中药新药与临床药理,2010,21(6):649-651.
- [3] 俞永梅,张平.HPLC-DAD 法测定喉疾灵胶囊中连翘苷的含量[J].中国药师,2012,15(8):1150-1152.
- [4] 杨爱霞,阮金兰,王晓仙,等.高效液相色谱法测定退热解毒灵颗粒中表告依春和连翘苷的含量[J].中国医院药学杂志,2010,30(19):1711-1712.
- [5] 吕银英.喉疾灵胶囊治疗咽喉疾患 247 例临床疗效分析[J].广东医学,1993,14(5):267-268.
- [6] 安益强,贾晓斌,陈彦,等.RP-HPLC 测定不同厂家板蓝根颗粒中表告依春的含量[J].中华中医药杂志,2009,24(4):529-531.
- [7] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(一部)[M].北京:中国医药科技出版社,2015:136.
- [8] 全维明,董礼,彭裕红.HPLC 法快速测定复方板蓝根颗粒中表告依春的含量[J].中国医药指南,2013,11(7):30-31.
- [9] 何峰,张昀.HPLC 法同时测定舒肝宁注射液中表告依春和腺苷的含量[J].贵阳医学院学报,2015,40(12):1338-1340.
- [10] 傅玉新,陈莉,王伟坚,等.HPLC 法测定复方土牛膝咽喉合剂中表告依春的含量[J].实用药物与临床,2015,18(10):1225-1227.
- [11] 余永梅,张平.HPLC-DAD 法测定喉疾灵胶囊中连翘苷的含量[J].中国药师,2012,15(8):1150-1152.
- [12] 夏方亮,王青青.HPLC 法测定复方感冒灵胶囊中对乙酰氨基酚和绿原酸的含量[J].中国药事,2014,9(10):1009-1010.

(收稿日期:2017-01-12 修回日期:2017-03-18)

血的主要原因是血小板数量减少和功能异常,尤其是血小板计数小于 $20 \times 10^9 / \text{L}$ 且伴有消化道、鼻、牙龈出血等情况下均需

[△] 通信作者,E-mail:panmin1976@163.com。