

高效液相色谱法测定血能达含片中葛根素的含量

刘凯,王清华(黑龙江省药品检验所,黑龙江 哈尔滨 150001)

摘要:目的 测定血能达含片中葛根素的含量。方法 采用 HPLC 法,色谱柱为 C_{18} ,流动相为甲醇-水(25:75)。检测波长为 250nm。结果 平均加样回收率为 100.3%,RSD=2.38%($n=5$)。结论 方法简便可行、重现性好,提供了血能达含片的质量控制方法。

关键词:高效液相色谱法;葛根素;血能达含片

中图分类号:R917.101 文献标识码:A 文章编号:1007-7693(2003)01-0061-02

Determination of puerarin in xuenengda tablets by HPLC

作者简介:刘凯(1971~),男,哈尔滨市人,主管药师,医学硕士,从事药检监督及药物分析工作。E-mail:karllew@0451.com。电话:0451-3641630-8209。

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine puerarin in Xuenengda Tablets. **METHOD** C_{18} column, detection wavelength 250nm and a mobile phase MeOH- H_2O (25: 75) was used in HPLC. **RESULTS** The recovery in the method is 100.3% (RSD= 2.38%, $n = 5$). **CONCLUSION** The established method is simple, feasible and reproducible. This study provides a method for the quality control of Xuenengda Tablets.

KEY WORDS: HPLC; puerarin; xuenengda tablets

血能达含片系由葛根、丹参和蚕蛹等组成的中药复方制剂,具有芳香化浊、开窍理气、行淤止痛等作用,主要用于冠心病、心绞痛等症。原质量标准中无含量测定项,现采用液相色谱法测定了葛根中葛根素的含量,以达到控制其质量的目的。

1 仪器与试剂

Waters 2487 - 600 型高效液相色谱仪。葛根素对照品(中国药品生物制品检定所)。血能达含片(哈尔滨天工药业有限公司)。试剂及试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Inertsil ODS-3 ($5\mu m, 4.6 \times 150 mm$); 流动相: 甲醇-水 (25: 75, V/V); 柱温: 室温; 流速: 1 mL/min; 检测波长: 250 nm; 进样量: $5\mu L$ 。

2.2 葛根素的线性关系考察

对照品溶液浓度: $0.104 mg/mL$ 。进样量分别为 1, 2, 4, 6, $8\mu L$, 按含量测定方法测定峰面积, 并以峰面积的 10^{-7} 为横坐标, 标准品进样量为纵坐标建立标准曲线。得相关系数 $r = 0.9999$, 线性范围为 $0.104\mu g \sim 0.832\mu g$ 。

2.3 葛根素的精密度考察

取上述对照品溶液, 每次进样量为 $6\mu L$, 重复进样 6 次, 计算得 RSD = 1.55%。

2.4 样品含量测定

取本品 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取细粉约 50 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加 85% 乙醇适量, 超声处理 30 min, 放置至室温, 加 85% 乙醇稀释至刻度, 摇匀, 取续滤液为供试品溶液。另取葛根素对照品, 加 85% 乙醇制成每 1 mL 含 0.04 mg 的溶液, 混匀, 为对照品溶液。吸取上述两种溶液各 $5\mu L$, 注入高效液相色谱仪, 测定, 即得。共测定了 3 批样品, 含量分别为 18.62, 18.27 和 17.57 mg/片。

2.5 回收率试验

精密称取已知含量的样品约 25 mg, 精密加入对照品适量, 按上述方法测定含量。平均回收率和 RSD 分别为

100.3% 和 2.38%。

2.6 重现性试验

取同一批号的样品, 按上述方法测定含量, 共测定 6 次。其含量测定结果的平均值和 RSD 分别为: 18.3 mg/g 和 1.58%。

3 讨论

3.1 室温留样稳定性试验

取 4 项中的供试品溶液, 室温、密闭放置, 于 0, 2, 4, 6, 8, 10 h, 分别进样 $5\mu L$, 以葛根素峰面积统计, RSD 为 2.04%。

3.2 阴性样品

按处方及工艺制备无葛根的阴性样品, 按上述含量测定方法考察其色谱表现, 结果表明对葛根素的峰无干扰。

3.3 提取方法、提取溶剂及提取时间考察

3.3.1 提取方法的确定 取同一批样品, 分别以 85% 乙醇为溶媒, 用加热回流提取法和超声波震荡提取法测定含量, 结果两种提取方法间无明显差异。由于超声提取法具提取时间短和操作简便等优点而最终选用该法。

3.3.2 提取溶剂的选择 取已知含量的样品按含量测定方法, 把提取溶剂分别为乙醇、30% 乙醇和水, 测得含量依次为 16.3, 17.1 和 15.8 mg/片, 与已知的此样品 (85% 乙醇提取) 的测得量 18.3 mg/片相比较可知: 单独用乙醇或水为溶剂提取的样品测得量偏低, 而用乙醇和水的混合溶剂提取的效果较好, 30% 乙醇和 85% 乙醇的提取效果近似。最终采用 85% 乙醇, 是因为本处方中有蚕蛹等动物药, 并使用了矫味剂、色素及其他辅料, 较高的含醇量可降低水溶性化学成分的溶出 (类似“醇沉”), 从而起到减少杂质干扰和减轻对污色谱柱染的作用。

3.3.3 提取时间的选择 取已知含量的样品 (18.3 mg/片), 提取时间分别为 20 和 40 min, 测得含量结果基本一致, 最终定为 30 min。

收稿日期: 2001-02-15