

高效液相色谱法测定全天麻分散片中天麻素的含量

宋俊英¹, 王文博² (1. 浙江省义乌市中医医院, 浙江 义乌 322000; 2. 浙江大德药业集团有限公司, 浙江 义乌 322000)

摘要:目的 建立全天麻分散片的含量测定方法。方法 采用 HPLC 法, HP1100 高效液相色谱仪, HP 色谱工作站; 流动相: 乙腈-0.05% 磷酸溶液(3:97), 流速: 1.0 mL/min, 检测波长 220 nm。结果 天麻素在 4.39 μ g/mL ~ 15.37 μ g/mL 之间呈良好的线性关系, 相关系数 $r=0.9999$; 样品平均回收率为 91.85%; RSD = 2.55% ($n=6$)。结论 该方法操作简便, 结果准确, 具有较好的重现性和稳定性, 可用与全天麻分散片的质量控制。

关键词: 同消分散片; 天麻素; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.799.1

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2006)07-0663-02

全天麻分散片由野生天麻制成, 是浙江大德药业集团有限公司在研新药; 具有平肝, 息风, 止痉功效。用于头痛眩晕, 肢体麻木, 癫痫抽搐等。为有效控制该产品的质量, 笔者采用高效液相色谱法对天麻素的含量进行测定。收效良好。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

HP1100 高效液相色谱仪系列。

1.2 试剂

天麻素对照品, 批号 110807-200205 由中国药品生物制品检定所提供。供试品同消分散片十批, 批号为 041201, 041202, 041203, 041204, 041205, 041206, 041207, 050101, 050102, 050103 由杭州银珂达医药科技有限公司提供, 乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 其余为分析纯。

2 方法学考察

2.1 检测波长的确定

天麻素对照品溶液在紫外分光光度计上的测定紫外光谱图, 结果在波长 220 nm 处有最大吸收, 故选择 220 nm 作为本品的检测波长。

2.2 色谱条件与系统适用性试验

采用如下色谱条件: Hypersil ODS₂ C₁₈ (25 μ m, 4.6 $\times$ 200 mm), 流动相: 乙腈-0.05% 磷酸溶液(3:97); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长 220 nm, 在此色谱条件下, 供试品中的天麻素与其他杂质峰基本能达到基线分离, 理论板数暂定应不低于 5000。

2.3 对照品、供试品溶液的制备

对照品溶液的制备: 精密称取 80℃ 干燥 1 h 的天麻素对照品 5 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成每 1 mL 含 50 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备:取本品 20 片,研细,取粉末约 1.6g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇 50mL,称定重量,加热回流提取 1h,放冷再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液 10mL,浓缩至近干,残渣加乙腈-水(3:97)混合溶液溶解,转移至 10mL 量瓶中,并用乙腈-水(3:97)混合溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.4 线性关系考察

精密称取 80℃ 减压干燥 1h 后的天麻素对照品 5mg,用流动相溶解并定容成 50mL,再精密量取 3,4,5,6,7mL,分别置于 10 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,各进样 10 μ L,分别注入高效液相色谱仪中,测定。以色谱峰面积(Y)为纵坐标,以浓度(X)为横坐标,得线性方程为: $Y = 66.09 + 18.81X$, $r = 0.9999$,其线性范围在 32.28 μ g/mL ~ 75.32 μ g/mL 关系良好。

2.5 精密度考察

取本品(批号 050102),按上法配制供试品溶液,分别重复进样 5 次,测定峰面积为:1121.98, 1116.32, 1109.32, 1186.61, 1160.19;其平均峰面积为 1138.88; $RSD = 2.91\%$ ($n = 5$)。

2.6 重复性考察

按供试品配制方法配制供试品,分别测定每份样品含量,结果为 1.87, 1.86, 1.87, 1.88, 1.88 mg/g; 平均含量为 1.87 mg/g, $RSD = 0.38\%$ ($n = 5$)。

2.7 稳定性考察

取供试品溶液一份,每隔一定时间测定,测定峰面积为:1132.31, 1208.27, 1209.97, 1227.75, 1220.85, 其平均峰面积为 1199.83, $RSD = 3.22\%$ ($n = 5$)结果表明,供试品溶液在室温下放置 24h 内稳定。

2.8 回收率试验

精密称取一已知含量的供试品(批号:050102),分别添加天麻素对照品(浓度为 0.113 mg/mL)按上述方法制成供试品溶液,依法进行测定,计算回收率。结果显示平均回收率为 100.96%, $RSD = 2.47\%$ 。

2.9 样品测定

按供试品溶液的配制方法,对十批样品进行含量测定,以确定其含量限度,十批样品批号为 041201、041202、041203、041204、041205、041206、041207、050101、050102、050103,其含量分别为 1.28、1.31、1.27、1.16、1.20、1.19、1.18、1.27、1.17、1.18 μ g/片。

3 结论

3.1 在方法学考察过程中,对提取方法,提取溶剂选择,提取时间,色谱条件作了详细试验,结果选择加热回流提取 60min,以稀乙醇作为溶剂,以乙腈-0.05% 磷酸溶液(3:97)为流动相为最佳方案。

3.2 该方法操作相对简便,准确,具备良好的重现性与稳定性。可用与全天麻分散片的质量控制。

收稿日期:2006-05-11