

高效液相色谱法测定通脉颗粒中葛根素含量

王淑娟¹, 刘春峰², 于百青²

(1 天津市河西区中医医院, 300201; 2 黑龙江省齐齐哈尔市药品检验所, 161006)

[摘要] 目的 建立测定通脉颗粒中葛根素含量的高效液相色谱法。方法 色谱柱为 Diamonsil C₁₈柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水-磷酸 (25: 75: 0.2), 检测波长 250 nm, 流速 1.0 mL · min⁻¹, 柱温 28 °C。结果 葛根素进样量在 0.040 7~ 0.325 4 μg 范围内与峰面积线性关系良好 (r = 0.999 9), 平均回收率 98.73%, RSD = 0.68% (n = 6)。结论 该方法专属性强, 重复性好, 可用于通脉颗粒的质量控制。

[关键词] 通脉颗粒; 葛根素; 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(2011)02-0246-02

通脉颗粒处方收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第四册^[1], 由丹参、川芎和葛根组成。具有活血通脉的功效, 主要用于治疗缺血性心脑血管疾病、动脉硬化、脑血栓、脑缺血、冠心病、心绞痛。由于该药原质量标准无含量测定项, 为有效控制其内在质量, 笔者在本实验中采用高效液相色谱法对葛根素的含量测定方法进行研究, 结果表明该方法简便、准确, 重复性好。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10AT^{VP}液相色谱仪, SPD-10A^{VP}紫外检测器, 浙江大学 N2000 色谱数据工作站; Sartorius BP211D 电子天平; LQH2000 超声波清洗器 (上海科导仪器有限公司)。甲醇为色谱纯, 水为重纯化水, 其余试剂均为分析纯。葛根素对照品 (中国药品生物制品检定所提供, 批号: 0752-200209), 通脉颗粒 (市售品)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Diamonsil C₁₈柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm)。流动相: 甲醇-水-磷酸 (25: 75: 0.2); 流速: 1.0 mL · min⁻¹; 检测波长: 250 nm; 柱温: 28 °C; 进样量: 10 μL。

2.2 溶液的制备 精密称取样品 2 g 置于具塞锥形瓶中, 精密加入 30% 乙醇 50 mL, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用 30% 乙醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。精密称取葛根素对照品 0.016 27 g 置于 100 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品贮备液。

2.3 方法学考察

2.3.1 阴性对照实验 按处方量制备缺葛根阴性对

照样品, 按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。取供试品、对照品、阴性对照品溶液, 依法进样。可见阴性样品不干扰葛根素的测定。

2.3.2 线性关系考察 精密量取对照品贮备液 1, 2, 3, 4, 5 mL, 分别置于 10 mL 量瓶中, 用 30% 乙醇稀释至刻度, 摇匀, 分别进样 10 μL。以浓度 (C) 为横坐标, 峰面积 (Y) 为纵坐标绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 5.1355 \times 10^8 X + 0.000394$ (r = 0.999 9)。结果表明, 葛根素进样量在 0.040 7~ 0.325 4 μg 之间与峰面积线性关系良好。

2.3.3 精密度实验 精密吸取对照品溶液 10 μL, 重复进样 5 次。结果峰面积 RSD = 0.7% (n = 5)。

2.3.4 重复性实验 精密称取同一批样品 5 份, 按样品含量测定方法测定, 结果葛根素含量的 RSD = 0.9% (n = 5)。

2.3.5 稳定性实验 取“2.3.4”项下 1 号供试品溶液, 每 2 h 进样 1 次, 每次进样 10 μL, 连续进样 6 次。结果 RSD 为 0.29%, 表明在 10 h 内葛根素的峰面积基本稳定。

2.3.6 加样回收率实验 精密称取已知含量的样品 0.75 g 各 6 份, 各精密加入对照品贮备液 2 mL, 再按供试品溶液制备方法制备溶液, 依法测定并计算回收率。结果见表 1。平均回收率 98.73%, RSD 为 0.68%。

表 1 葛根素加样回收率实验结果 mg n = 6

样品含量	加入量	测得量	回收率 %
0.334 2	0.325 4	0.653 7	98.19
0.337 9	0.325 4	0.658 4	98.49
0.341 8	0.325 4	0.660 2	97.85
0.329 5	0.325 4	0.653 7	99.63
0.338 7	0.325 4	0.661 8	99.29
0.339 0	0.325 4	0.660 9	98.92

2.4 样品测定 按上述葛根素含量测定方法, 对同一个厂家的 3 批供试品 (每袋装 10 g) 的葛根素含量进

[收稿日期] 2010-06-10

[作者简介] 王淑娟 (1958-), 女, 黑龙江齐齐哈尔人, 副主任药师, 学士, 主要从事医院制剂质量控制研究。电话: 022-28133610 E-mail wsj60428@163.com。

[通讯作者] 刘春峰, 电话: 0452-2713908 E-mail liuchf1974@126.com。

行了测定, 每批平行测定 2 次, 结果样品 1 平均含量 4 473 5 mg 样品 2 平均含量 4 351 8 mg 样品 3 平均含量 5 192 0 mg, 3 批供试品的含量在每袋 4 35~5 19 mg

3 讨论

通过对提取溶剂和提取时间的考察, 结果表明以 30% 乙醇超声处理 30 min 效果最好。笔者曾以甲醇-0.025 mol·L⁻¹ 磷酸溶液 (20:80)^[2] 和甲醇-水 (21:79) 等^[3-4] 为流动相进行实验研究, 结果样品未达到满意的分离效果, 葛根素峰峰形不对称, 可能与所用色谱柱有关, 有待进一步研究。本实验中葛根素的含量测

定, 样品处理简单, 色谱分离效果良好, 精密度高, 准确可靠, 可用于该制剂的质量控制。

[DOI] 10.3870/yydh.2011.02.039

[参考文献]

- [1] 卫生部药品标准·中药成方制剂(第四册)[S]. W S3-B-0210-90 169.
- [2] 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, 2010: 864.
- [3] 朱才庆, 李艳, 吴迪, 等. 障眼明分散片制备工艺与葛根素含量测定研究[J]. 中药材, 2009, 32(5): 788-791.
- [4] 邓长凤, 龚友兰, 吴雪, 等. 葛根素微乳灌胃后大鼠血浆中葛根素的测定[J]. 中南药学, 2009, 7(7): 499-502.

高效液相色谱法测定感冒舒颗粒中牛蒡子苷含量

刘雅茹, 周立娜, 郑杰, 梁晨

(中国医科大学药学院, 沈阳 110001)

[摘要] 目的 建立感冒舒颗粒中牛蒡子苷的含量测定方法。方法 采用高效液相色谱法, 色谱柱: Shim-pack CLC-ODS (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 柱温为 40℃, 以甲醇-乙腈-pH 2.5 磷酸三乙胺水溶液 (20:15:65) 为流动相, 检测波长 279 nm, 对牛蒡子苷进行含量测定。结果 牛蒡子苷在 0.12~0.73 μg 范围内线性关系良好, $r=0.9996$ ($n=5$), 平均加样回收率 95.95%, RSD 为 3.90%。结论 该法简便、准确、快速, 可作为感冒舒颗粒的质量控制方法。

[关键词] 牛蒡子苷; 感冒舒颗粒; 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(2011)02-0247-02

感冒舒颗粒由大青叶、连翘、荆芥、防风、薄荷、牛蒡子、桔梗、白芷、甘草等 9 味药材组成^[1], 具有疏风清热、发表宣肺的功能。用于风热感冒、头痛体困、发热恶寒、鼻塞流涕、咳嗽咽痛等证的治疗^[2]。该方收载于《中华人民共和国药典》2005 年版一部, 其中牛蒡子辛、苦、寒, 具疏散风热、解毒透疹、利咽消肿的功效, 所含牛蒡子苷为其主要活性成分。为更有效控制感冒舒颗粒质量, 笔者采用高效液相色谱 (HPLC) 法测定制剂中牛蒡子苷的含量, 该法操作简便, 结果准确, 重复性好, 可作为感冒舒颗粒制剂的质量控制方法。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-6A 液相色谱仪, 中北工作站, SPD-6AV 检测器; 牛蒡子苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 供含量测定用, 批号: 110819-200404), 感冒舒颗粒 (本院自制, 批号: 060211, 060214, 060215, 060217), 自制缺牛蒡子的阴性样品 (药材由辽宁省医药股份有

限公司中药材分公司提供)。乙腈、甲醇为色谱纯, 水为重纯化水。其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Shim-pack CLC-ODS (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 柱温 40℃。流动相甲醇-乙腈-pH 2.5 磷酸三乙胺水溶液 (20:15:65), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 279 nm, 进样量 5 μL, 理论塔板数按牛蒡子苷峰计算应不低于 5 000。

2.2 溶液的配制

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取五氧化二磷干燥器中减压干燥 24 h 的牛蒡子苷对照品 15.22 mg 置于 50 mL 量瓶, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取 5 mL, 置于 25 mL 量瓶, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 制成 0.060 88 mg·mL⁻¹ 溶液, 作为对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品 3 g 研细, 取粉末 0.5 g 精密称定, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 mL, 密塞, 称质量, 超声处理 (功率 250 W, 频率 33 kHz) 30 min, 放冷, 称质量 (必要时补足原质量), 摇匀, 用干滤器滤过, 精密量取续滤液 2 mL, 置 25 mL 棕色量瓶中, 加入甲醇稀释至刻度, 摇匀, 溶液经孔径

[收稿日期] 2010-03-17 [修回日期] 2010-04-20

[作者简介] 刘雅茹 (1962-), 女, 辽宁沈阳人, 教授, 硕士, 主要从事药物中间体合成及药物结构与活性的研究。电话: 024-23256666-5329 E-mail: free1962514@yahoo.com.cn