

高效液相色谱法测定天麻胶囊中天麻素的含量

张萍

(青海省药品检验所, 西宁 810003)

摘要 目的: 利用高效液相色谱法对天麻胶囊中天麻素的含量进行定量分析。方法: 采用 Kromasil C₁₈ (4.6 mm × 200 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相为甲醇-水 (55: 45), 流速 1.0 mL · min⁻¹, 检测波长 220 nm, 进样量 10 μL。结果表明天麻素浓度在 8~80 μg · mL⁻¹ 范围内具有良好的线性关系 ($r = 0.9995$), 天麻素平均回收率 ($n = 6$) 为 98.87% (RSD = 1.4%)。结论: 本法结果准确, 操作简便, 适用于天麻胶囊的质量控制分析检验。

关键词: 高效液相色谱法; 天麻胶囊; 天麻素

中图分类号: R917 文献标识码: A 文章编号: 0254-1793(2010)01-0152-03

HPLC determination of gastrodin in Tianma capsules

ZHANG Ping

(Qinghai Institute for Drug Control Xining 810003 China)

Abstract Objective To develop an HPLC method for determination of gastrodin in Tianma capsules **Methods** Kromasil C₁₈ (4.6 mm × 200 mm, 5 μm) was adopted. The mobile phase was methanol-water (55: 45) at the flow rate of 1.0 mL · min⁻¹; The detection wavelength was 220 nm and the injection volume was 10 μL **Results** There was a good linear relationship with a range of 8~80 μg · mL⁻¹ for gastrodin ($r = 0.9995$), the average recovery rate ($n = 6$) was 98.87% with RSD of 1.4%. **Conclusion** The method is simple, accurate, and can be used for the quantitative analysis of Tianma capsules

Key words HPLC; Tianma capsules; gastrodin

天麻胶囊主要药味包括天麻、独活、粉萆薢、杜仲、地黄、附子、当归等^[1], 其中天麻为君药, 主要含有天麻苷(天麻素, gastrodin)、天麻苷元等化学成分^[2]。天麻素作为其主要活性成分之一, 不仅可以治疗头晕、头痛, 而且在治疗冠心病、高血压、脑血管疾病等方面也发挥着重要作用。本文采用高效液相色谱法测定天麻胶囊中天麻素的含量, 对有效控制和评价产品质量, 具有重要的实际应用价值。

1 仪器与试剂

SHIMADZU 高效液相色谱仪 (LC-10ATvp 泵、SPD-10Avp 紫外检测器), 浙大 N2000 色谱工作站, BP211D 电子天平, 超声波清洗机 (中国华南超声波设备厂)。

天麻素对照品 (批号 1100807-200205), 中国药品生物制品检定所; 天麻胶囊, 规格 0.25 g ·

粒⁻¹, 通化金马药业集团股份有限公司; 甲醇为色谱纯, 其他试剂为分析纯。

2 方法和结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 系列浓度对照品溶液 将天麻素对照品在 50℃ 下减压干燥 4 h, 精密称取天麻素对照品 20 mg 置 50 mL 量瓶中, 以甲醇溶解、定容、摇匀, 制成 400 μg · mL⁻¹ 的天麻素对照品储备液。分别精密吸取天麻素对照品溶液 0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL, 以甲醇定容于 5 mL 量瓶中, 制成浓度分别为 8、16、32、48、64、80 μg · mL⁻¹ 的对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液 称取天麻胶囊内容物约 4 g 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 称定重量, 超声处理 (功率 220 W, 频率 50 kHz) 30 min, 冷却至室温后再次称重, 以甲醇补足减失的重量, 摇匀, 即得。

2.1.3 阴性样品溶液 按处方比例并参照本品制备工艺, 配制不含天麻的阴性样品, 按“2.1.2”项下方法操作, 即得。

2.2 系统适用性试验 色谱柱: Kromasil C₁₈ (4.6 mm × 200 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇 - 水 (55: 45); 流速: 1.0 mL · min⁻¹; 检测波长: 220 nm; 柱温为室温; 进样量: 10 μL。理论塔板数以天麻素峰计不低于 4000。分别精密称取天麻素对照品溶液、供试品溶液及阴性样品溶液各 10 μL, 在上述色谱条件下进样测定, 色谱图见图 1。

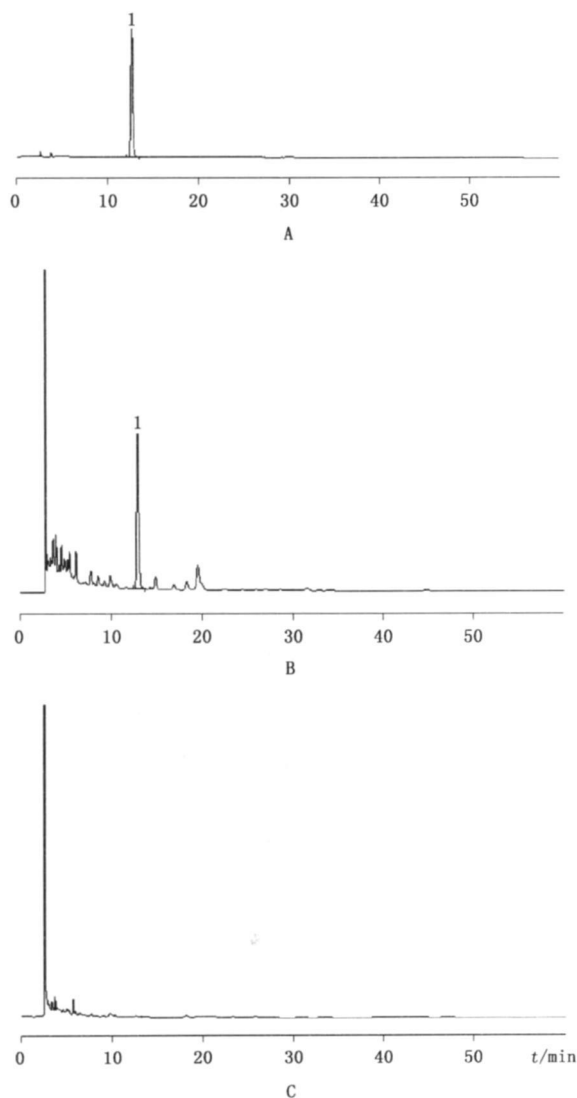


图 1 对照品 (A)、样品 (B) 及阴性样品 (C) 色谱图

Fig 1 Chromatograms of reference substance (A), sample (B), and negative sample without gastrodin (C)

1. 天麻素 (gastrodin)

2.3 线性关系考察 精密吸取系列浓度天麻素对照品溶液各 10 μL, 按上述色谱条件进行测定, 测得天麻素浓度 X 与峰面积 Y 的回归方程为:

$$Y = 2.422 \times 10^4 X + 42.22 \quad r = 0.9995 (n = 6)$$

表明天麻素浓度在 8~80 μg · mL⁻¹ 范围内具有良好的线性关系。

2.4 精密度试验 精密吸取对照品溶液 10 μL, 按上述色谱条件连续进样 6 次, 测定峰面积, 计算其 RSD 为 1.4%, 表明精密度良好。

2.5 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 10 μL, 按上述色谱条件, 分别在 0, 1, 2, 8, 12 h 进样测定, 记录其峰面积, 计算 RSD 为 1.7%, 表明供试品溶液在 12 h 内基本稳定。

2.6 重复性试验 取样品 4 g 共 6 份, 精密称定, 按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 依法进行测定, 记录峰面积, 测得天麻素平均含量为 0.38 mg · g⁻¹, RSD = 1.2%。

2.7 加样回收率试验 精密称取已知含量 (0.38 mg · g⁻¹) 的样品 1 g 共 6 份, 分别置 50 mL 量瓶中, 各加入天麻素对照品溶液适量 (含天麻素 0.42 mg), 按“2.1.2”项下方法制备供试溶液, 进样测定天麻素的量, 计算天麻素平均回收率为 98.87%, RSD = 1.4%。

2.8 样品含量测定 取不同生产批号的天麻胶囊各 5 份, 分别按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 每份溶液进样 3 次, 以外标法计算样品中天麻素的含量, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果 ($n = 5$)

Tab 1 Determination of sample

批号 (Lot No.)	含量 (content) / mg · g ⁻¹	RSD / %
20080111	0.38	1.2
20080511	0.31	0.8
20080409	0.33	1.0
20071002	0.38	1.0
20070113	0.41	1.3

3 讨论

中医主要利用天麻缓解头痛、头晕、眩晕等症, 现代研究表明天麻素具有降低血压、提高机体免疫力、延缓衰老、改善心肌缺血症状、镇静、抗癫痫等作用^[3,4]。因此准确测定天麻制品中天麻素的含量可以有效控制产品质量及药效。

本文采用高效液相色谱法测定天麻胶囊中天麻素的含量, 结果满意。对于检测波长的选择, 紫外吸收光谱测定结果显示对照品溶液在 220 nm 处出现最大吸收峰, 因此选择 220 nm 作为检测波长。对于流动相的选择, 笔者通过预试验, 比较甲醇 - 水溶剂

系统、甲醇-水-磷酸溶剂系统及乙腈-磷酸溶剂系统,结果显示甲醇-水溶剂系统效果较好,对不同比例流动相的考察结果表明采用甲醇-水比例为 55:45 时基线分离程度较好,故选择甲醇-水(55:45)溶剂系统作为流动相。考察了样品超声处理 20 min、30 min 和 40 min 的提取量,表明超声处理 30 min 时已基本提取完全,因此选择 30 min 作为超声处理时间。

参考文献

1 Drug Specifications Promulgated by the Ministry of Public Health, P.R. China(卫生部药品标准). Preparation of Traditional Chinese Medicine Vol 5(中药成方制剂第 5 册). 1992: 34

2 XIE Xiao-tian(谢笑天), LI Hai-yan(李海燕), WANG Qiang(王强), *et al*. The study of chemical constituents in *Gastrodia elata* Blume(天麻化学成分研究概况). *J. Yunnan Normal Univ (Nat Sci Ed)* (云南师范大学学报 自然科学版), 2004, 24(3): 21

3 HU Yi-bing(胡一冰), CU Jia(崔佳), HAN Xiao(韩笑), *et al*. Progress in research of Chinese materia medica *Rhizoma Gastrodiae* (中药天麻研究进展). *J. Guiyang Coll Tradit Chin Med* (贵阳中医学院学报), 2001, 23(4): 48

4 CHAI Hui-xia(柴慧霞), ZENG Hua-de(曾怀德), XIE Yang-gao(谢扬高). Preliminary observation of rabbits epilepsy which induced by the confrontation between synthetic gasterodin and coriamyrtin(合成天麻素对抗马桑内酯所致家兔癫痫的初步观察). *Acta Acad Med Sichuan* (四川医学院学报), 1983, 14(3): 288

(本文于 2009 年 12 月 21 日修改回)

全国药品检测车基层应用经验交流会在北京召开

2009 年 12 月 10 至 11 日,国家局稽查局在北京召开了全国药品检测车基层应用经验交流会。全国已配备药品检测车的 29 个省(区、市)食药监局稽查局和(食品)药品检验所主管领导以及 38 个市、县级药品检测车应用单位的代表共计 120 余人参加了此次会议。

此次会议本着认真贯彻落实科学发展观的精神,以“基层应用”为主题,结合基层实际分析了现阶段药品检测车运行管理情况和存在问题,阐明了目前药品检测车项目所处的发展阶段,部署了下一阶段的工作重点,为全国的药品检测车应用工作理清了思路,指明了方向。

详见: www.nicpbp.org.cn