

高效液相色谱法测定天麻素胶囊中天麻素含量

张治军¹, 罗亚虹¹, 周杰强²

(1. 广西壮族自治区桂林食品药品检验所, 广西 桂林 541002; 2. 桂林医学院, 广西 桂林 541002)

摘要:目的 建立测定天麻素胶囊含量的高效液相色谱(HPLC)法。方法 色谱柱为 Agilent Tc-C₁₈ 柱(150 mm×4.6 mm 5 μm)以甲醇-水(5:95)为流动相,检测波长为 220 nm,流速为 0.8 mL/min,柱温为 40℃。结果 天麻素质量浓度在 6.45~96.78 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好($r=0.9998$),平均回收率为 99.34%,RSD 为 0.36%($n=9$)。结论 该法操作简便、结果可靠、重现性好,较原标准方法可更好地控制天麻素胶囊的质量。

关键词: 高效液相色谱法; 天麻素胶囊; 含量测定

中图分类号: R284.1 R286.0

文献标识码: A

文章编号: 1006-4931(2009)16-0041-02

Determination of Gastrodin in Gastrodin Granule by HPLC

Zhang Zhijun¹, Luo Yahong¹, Zhou Jieqiang²

(1. Guilin Institute For Food and Drug Control, Guilin, Guangxi, China 541002; 2. Guilin Medical College, Guilin, Guangxi, China 541002)

Abstract: Objective To establish a HPLC method for the determination of gastrodin in Gastrodin Granule. **Methods** The analytical column was the Agilent Tc-C₁₈ (150 mm×4.6 mm, 5 μm). The mobile phase consisted of methanol-water (5:95). The flow rate was 0.8 mL/min and the column temperature was 40℃. The determination wavelength was 220 nm. **Results** The calibration curve was linear in the range of 6.45-96.78 μg/mL ($r=0.9998$). The average recovery rate was 99.34%, RSD was 0.36% ($n=9$). **Conclusion** The method is simple, reliable and reproducible for the quality control of gastrodin in Gastrodin Granule.

Key words: HPLC; Gastrodin Granule; gastrodin; content determination

天麻素(4-羟甲基苯-β-D吡喃葡萄糖苷)胶囊临床主要用于治疗神经衰弱、神经衰弱综合征及血管神经性头痛等,其质量标准收载于 2003 年《国家药品标准化学药品标准地升国家标准》(第十六册),其中含量测定方法为紫外分光光度(UV)法。笔者参考文献[1-2]建立了测定该产品中天麻素含量的高效液相色谱(HPLC)法,报道如下。

1 仪器和试剂

仪器 Agilent 1100 型高效液相色谱仪,HP 工作站;BUG40-06 型超声提取仪(40 kHz,120 W)。天麻素对照品(批号为 80729201,供含量测定用,中国药品生物制品检定所);天麻素胶囊(3 批样品均为市售品,广东邦民制药有限公司产品,批号为 050502;广州环叶制药有限公司产品,批号为 080301,080402);甲醇为色谱纯,水为重蒸馏水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Agilent Tc-C₁₈ 柱(150 mm×4.6 mm 5 μm);流动相:甲醇-水(5:95);检测波长:220 nm;柱温:40℃;流速:0.8 mL/min;进样量:10 μL。

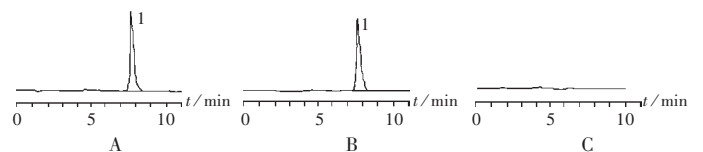
2.2 溶液制备

精密称取于 105℃干燥 3 h 的天麻素对照品 0.016 13 g,加流动相溶解并稀释制成对照品贮备液(16.13 μg/mL)精密吸取对照品贮备液 5 mL,置 100 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。取样品装量差异项下的内容物约 0.28 g,研细,精密称定,置 100 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,超声 30 min,放冷至室温,摇匀,吸取 2 mL,置 100 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,即得供试品溶液。以样品相同的处方比例制备不含天麻素的空白样品,按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。

2.3 方法学考察

干扰性试验:分别精密吸取 2.2 项下 3 种溶液各 10 μL,按拟定的色谱条件分别进样测定,色谱图见图 1。可见,供试品溶液色谱图中呈现与天麻素对照品保留时间一致的色谱峰,而阴性对照品溶液则无此色谱峰。

线性关系考察:将对照品贮备液(16.13 μg/mL)分别稀释成



1. 天麻素
A. 对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 阴性对照品溶液

图 1 高效液相色谱图

质量浓度分别为 6.45, 16.13, 32.26, 48.39, 64.52, 96.78 μg/mL 的溶液,分别进样 10 μL,依法测定峰面积,以峰面积值 Y 为纵坐标、天麻素质量浓度 X(μg/mL)为横坐标进行线性回归,得回归方程 $Y=36.894X+2.0977$, $r=0.9998$ ($n=6$)。结果表明天麻素质量浓度在 6.45~96.78 μg/mL 范围内与峰面积具有良好线性关系。

精密度试验:取同一对照品溶液,按拟定的色谱条件重复测定 6 次。结果平均含量为 99.87%,RSD 为 0.02% ($n=6$)。

重复性试验:精密称取同一批(批号为 050502)样品,依法制备供试品溶液并测定含量。结果平均含量为 99.63%,RSD 为 0.35% ($n=6$)。

稳定性试验:取同一供试品溶液,分别于 0, 3, 6, 12, 24 h 时进样测定。结果峰面积的 RSD 为 0.10% ($n=6$),表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

加样回收试验:精密称取已知含量的样品共 9 份,按 80%, 100%, 120% 模拟处方比例精密加入天麻素对照品,按拟定的色谱条件测定,计算回收率。结果见表 1。

表 1 天麻素加样回收试验结果($n=9$)

加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	\bar{X} (%)	RSD(%)
22.03	22.23	99.92		
22.14	21.86	98.70		
22.09	22.13	99.20		
27.82	27.67	99.45		
27.76	27.47	98.96	99.34	0.36
28.05	27.93	99.59		
33.02	32.81	99.36		
32.86	32.72	99.58		
32.73	32.54	99.43		

正交试验法优选胃力源胶囊的提取工艺

刘永忠¹ 邵浩民² 陈萍³

(1. 陕西省西安市中心医院药剂科 陕西 西安 710003 ;

2. 西安新星药物研究所 陕西 西安 710065 ; 3. 陕西省中医药研究院 陕西 西安 710003)

摘要:目的 优选胃力源胶囊中白花蛇舌草、山楂的提取工艺。方法 采用L₉(3⁴)正交试验设计法,以醇提浸膏得率、总有机酸含量、熊果酸含量为考察指标,优选乙醇浓度、乙醇用量、提取时间的最佳提取工艺条件。结果 白花蛇舌草、山楂乙醇最佳提取工艺为药材用80%乙醇8倍量回流提取2次,每次2h,药渣再用水煎。结论 该提取工艺合理,质量稳定,熊果酸等有效成分的提取率高。

关键词:正交试验;胃力源胶囊;白花蛇舌草;山楂;提取工艺

中图分类号:TQ461.R286.0

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2009)16-0042-02

Optimal Extraction Technology of Weiliyuan Capsules by Orthogonal Method

Liu Yongzhong¹, Shao Haomin², Chen Ping³

(1. Department of Pharmacy, Xi'an Central Hospital, Xi'an, Shaanxi, China 710003;

2. Xi'an New Star Research Institute of Chinese Medicine, Xi'an, Shaanxi, China 710065;

3. Shaanxi Provincial Academy of Traditional Chinese Medicine, Xi'an, Shaanxi, China 710003)

Abstract: Objective To optimize the extraction technology of Herba Hedyotis Diffusae and hawthorn in Weiliyuan Capsules. **Methods** The extraction technology was optimized by orthogonal method with the extract rate of extractum, total organic acid and ursolic acid contents as the indexes. The influential factors for the extraction of effective ingredients included the concentration of ethanol, the volume of adding ethanol and the time of extraction. **Results** The best extraction technology was adding 8 times amount of 80% ethanol to medicinal herb, extracting twice and 2 h per time. **Conclusion** The extraction technology is reasonable with stable quality. The extraction rate of effective ingredients is high.

Key words: orthogonal method; Weiliyuan Capsules; Herba Hedyotis Diffusae; hawthorn; extraction technique

胃力源胶囊是医院制剂,主要由黄连、白花蛇舌草、山楂等组成,功能消炎生肌、制酸止痛,可杀灭幽门螺杆菌,临床主要用于治疗胃及十二指肠溃疡。方中白花蛇舌草、山楂均具有清热解毒、活血化瘀、消炎止痛等功效,为此本试验采用正交试验法优选了胃力源胶囊中白花蛇舌草、山楂的最佳提取工艺条件,报道如下。

1 仪器与试剂

电热真空干燥箱(南京电工科学机械制造厂);HP1100型高效液相色谱仪(美国),包括UV紫外检测器、自动进样器;TH 66025型超声清洗器;Galaxy110型电子天平(美国OHAUS公司)。熊果酸对照品(批号为0742-9909),齐墩果酸对照品(批号为0709-9803),均购自中国药品生物制品检定所;白花蛇舌草、山楂为市售药材,经鉴定分别符合广西地方药品标准、中国药典规定;甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 因素水平确定

以乙醇浓度(因素A)、乙醇用量(因素B)、回流时间(因素C)及提取次数(因素D)为影响因素,以浸膏得率、总有机酸含量、熊果酸含量为考察指标进行正交试验设计,因素水平见表1。

2.2 样品制备

将白花蛇舌草药材切细、山楂药材粉碎为粗粉,称取1.5倍处

2.4 样品含量测定

取不同药厂生产的样品3批,按供试品溶液制备方法制备溶液并依法测定,同时按原质量标准中的UV法平行测定。结果见表2。

3 讨论

参考文献,分别用甲醇、甲醇-0.2%磷酸、乙腈-0.2%磷酸、甲醇-水(5:95)等不同溶剂,超声时间为5、10、15、30、40 min对样品的处理方法进行了考察,结果选用甲醇-水(5:95)为溶剂,超

表1 因素水平表

水平	因素 A(%)	因素 B(倍)	因素 C(h)	因素 D(次)
1	50	10.8	2.0, 2.0	2
2	65	8.8	2.0, 1.5	2
3	80	8.5	2.0, 1.0	3

注:第3次提取的乙醇用量为同水平第2次提取时加入量,提取时间为1h。

方量的药材,混合均匀,置1000 mL圆底烧瓶中,共9份,按正交方案L₉(3⁴)进行试验,即分别加入不同浓度、不同用量的乙醇,回流提取不同时间,合并滤液,滤过,滤液浓缩并定容至1000 mL,备用。

2.3 考察指标测定

醇提浸膏得率:精密吸取2.2项下乙醇提取液100 mL,置恒重的蒸发皿中,水浴蒸干溶剂,于(105±1)℃烘箱中干燥3h,取出,置干燥器中冷却0.5h,迅速称重,按下式计算浸膏得率。醇浸膏得率(%) = W₁ / (W₀ × 0.1) × 100。式中W₀为取样量(g, 60g),W₁为醇浸膏重(g)。

总有机酸含量^[3]:分别精密吸取2.2项下乙醇提取液100 mL,置蒸发皿中,水浴蒸干溶剂,放冷,残渣加二次蒸馏水90 mL,分次转移至100 mL量瓶中,超声处理40 min后,加水至刻度,摇匀,滤过。精密吸取续滤液10 mL,置三角滴瓶中,加水100 mL,摇匀,加

声30 min时测得的天麻素含量最高。方法学考察结果表明,文中的HPLC法操作简单、结果准确、重复性好,比UV法能更好地控制药品质量,因此可作为天麻素胶囊质量标准的含量测定方法。

参考文献:

- [1] 孙冬梅, 范宋玲, 刘法锦, 等. HPLC法测定天麻配方颗粒中天麻素的含量[J]. 中药新药与临床药理, 2002, 13(6): 393.
- [2] 秦剑, 邓开英, 李胜容, 等. RP-HPLC测定天麻丸中天麻素含量[J]. 中成药, 2003, 25(6): 508.

(收稿日期:2009-03-07)