

供试品溶液的制备方法制成阴性对照品溶液, 滴定结果为 0.40 mL ( $n=6$ )。

**2.2.3 加样回收** 取已知碳酸氢钠含量的样品 6 份, 精密称定, 分别精密加入碳酸氢钠, 按上述方法测定, 碳酸氢钠平均回收率为 98.94%,  $RSD\% = 0.81\%$  ( $n=6$ )。见表 4。

表 4 碳酸氢钠加样回收率试验结果 ( $n=6$ )

Tab 4 The results of recovery test ( $n=6$ )

| $N_a$ | 已知量<br>(mg) | 加入量<br>(mg) | 测得量<br>(mg) | 回收率<br>(%) | 平均回收率<br>(%) | RSD<br>(%) |
|-------|-------------|-------------|-------------|------------|--------------|------------|
| 1     | 18.07       | 14.73       | 32.61       | 98.71      |              |            |
| 2     | 18.12       | 14.68       | 32.75       | 99.66      |              |            |
| 3     | 18.25       | 18.35       | 36.39       | 98.86      | 98.94        | 0.81       |
| 4     | 18.36       | 18.26       | 36.22       | 97.81      |              |            |
| 5     | 18.45       | 21.92       | 40.05       | 98.54      |              |            |
| 6     | 18.66       | 21.95       | 40.62       | 100.05     |              |            |

**2.2.4 样品测定结果** 取样品 6 份按上述方法制样, 测定含量, 用阴性对照品溶液的滴定结果进行校正, 其结果为: 040601: 60.2 mg/袋; 040602: 59.6 mg/袋; 040603: 61.2 mg/袋。

### 3 讨论

**3.1 在木香烯内酯和去氢木香内酯的含量测定中**, 分别考察了用氯仿和甲醇冷浸过夜, 超声提取的方法, 结果用氯仿提取含量为 1.2 mg/袋, 用甲醇提取含量为 1.23 mg/袋, 两者

含量差异不大, 而用甲醇提取更方便简易, 故选用甲醇提取。

**3.2 在碳酸氢钠的含量测定中**, 由于碳酸氢钠在水中的溶解性很好, 所以直接加水溶解即可。对取样量进行考察, 发现取样量对滴定结果影响很大。当取样量为 3g (约相当于碳酸氢钠 0.4g) 时, 使用 0.1 mol/L 的盐酸滴定液进行滴定, 此时样品溶液本身的颜色很深, 很难辨别指示剂的颜色, 对滴定终点无法判断, 分别进行滤纸过滤、真空抽滤和离心, 都不能排除干扰; 减少取样量至 1.5g 时, 变化不大; 依次考察取样量为 1.0g、0.5g、0.3g 和 0.1g 发现当取样量为 0.3g (约相当于碳酸氢钠 0.04g) 时样品本身的颜色对指示剂的干扰降到最低, 盐酸滴定液浓度为 0.01 mol/L, 滴定终点为暗红色, 加样回收率为 98% 以上。

**3.3 本研究建立了木香烯内酯、去氢木香内酯和碳酸氢钠的含量测定方法**, 避开干扰, 方法简便, 专属性强, 用于控制该药的质量是可行的。

### 参考文献

- [1] 中国药典 2005 版 (一部) [S]. 2005: 41
- [2] 王永兵, 许华. RP-HPLC 法测定川木香中木香烯内酯和去氢木香内酯的含量 [J]. 西北药学杂志, 2000, 15(6): 250-251
- [3] 中国药典 2005 版 (二部) [S]. 2005: 827

收稿日期: 2005-12-02

## 高效液相色谱法测定脑得生片中葛根素的含量

沈春香, 杨兵勋, 陈立钻 (浙江天皇药业有限公司, 杭州 310012)

**摘要:** 目的 采用高效液相色谱法测定脑得生片中葛根素的含量, 以控制该制剂的质量。方法 柱为 Agilent Eclipse XDB-C<sub>18</sub> (4.6 × 250 mm, 5 μm); 以水-甲醇-乙腈溶液 (76:20:4) 为流动相; 流速 1.0 mL/min; 检测波长为 250 nm。结果 方法的平均加样回收率为 102.0%,  $RSD = 0.62\%$  ( $n=9$ )。葛根素在 0.032~2.031 μg 进样量范围内, 进样量与吸收面积值呈良好的线性关系  $R = 1.000$ 。结论 本方法测定脑得生片中葛根素的含量, 结果准确, 重复性好。

**关键词:** 高效液相色谱; 葛根素; 脑得生片

中图分类号: R917.799.1 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2006)03-0223-03

### Determination of puerarin in Naodesheng tablets by HPLC

SHEN Chunxiang, YANG Bingxun, CHEN Lizi (Zhejiang Tianhuang Pharmaceutical CO., Ltd, Hangzhou 310012, China)

**ABSTRACT OBJECTIVE** To determine the contents of puerarin in Naodesheng tablets by HPLC. **METHODS** Agilent Eclipse XDB-C<sub>18</sub> column (4.6 × 250 mm, 5 μm) was used with the mobile phase of water-methanol-acetonitrile (76:20:4), the flow rate was 1.0 mL/min. The wavelength of detection was set at 250 nm and the column temperature was at 25°C. **RESULTS** The linear range of puerarin was 0.032~2.031 μg with the correlation coefficient 1.000. The average recovery was 102.0%. **CONCLUSION** The method is simple, rapid and accurate.

**KEY WORDS** HPLC; puerarin; Naodesheng tablets

脑得生片是 2005 年版药典收载品种, 具有活血化瘀, 通经活络之功效。用于淤血阻络所致的眩晕、中风、脑动脉硬化

化、缺血性中风及脑出血后遗症等<sup>[1]</sup>。葛根为处方中最大的组分,其活性成分葛根素具有降压,扩张心脑血管,降低血管阻力,增加脑血流量,抑制血小板聚集,抗血栓形成等广泛的心脑血管系统的药理作用<sup>[2-3]</sup>,临床疗效早已有多篇论文报道<sup>[4-5]</sup>,因此可认为葛根素是脑得生的有效成分之一,有必要对其质量进行监控。药典中的质量标准未对其进行含量测定。为更好的控制该制剂质量,我们建立了高效液相色谱法测定其葛根素含量的方法。

### 1 仪器与试剂

Agilent 1100液相色谱仪, Agilent 化学工作站 (A. 09. 01版)。超声仪: BOLONG USC-702 上海波龙电子设备有限公司。甲醇, 色谱纯, 天津市四友生物医学技术有限公司, 批号 030820101; 乙腈, 色谱纯, 天津市四友生物医学技术有限公司, 批号 041103101。水为亚沸高纯水。其余试剂均为分析纯。脑得生片 4 批 (批号为: 050301, 050401, 050402, 050403), 由浙江天皇药业有限责任公司生产; 葛根素对照品, 批号: 110752-200209, 购于中国药品生物制品检定所。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, Agilent EclipseXDB-C18 (4.6 × 250mm, 5μm); 流动相: 水-甲醇-乙腈溶液 (76:20:4); 流速: 1.0mL/min; 柱温: 25℃; 检测波长为 250nm。在此条件下葛根素的保留时间约为 9.366min, 以葛根素峰计算色谱柱的理论板数大于 5000 与其他相邻组分峰的分度度大于 1.5。

### 2.2 溶液的制备

**2.2.1 对照品溶液的制备** 称取葛根素对照品适量, 精密称定, 加 50% 甲醇溶液制成每 mL 含 0.05mg 的溶液, 即得。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 取约 0.1g 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇溶液 50mL, 密塞, 称定重量, 超声提取 (功率 300W, 频率 40kHz) 15min, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**2.2.3 阴性供试品溶液的制备** 取缺葛根的处方药, 按该品种质量标准制备不含葛根的阴性对照品, 按供试品溶液的制备方法制备阴性供试品溶液。

### 2.3 检测波长的选择

取葛根素对照溶液 ( $c = 0.0797\text{mg/mL}$ ) 在 200nm ~ 400nm 进行波长扫描, 在 250nm 处有最大吸收波长。所以选择 250nm 为检测波长。

### 2.4 专属性和系统适用性

分别取对照品溶液、供试品溶液、阴性供试品溶液 10μL 注入色谱仪中, 记录色谱图。葛根素峰保留时间约为 9.366min。阴性对照色谱图在葛根素峰位置无假阳性峰, 表明其他组分对测定无干扰。葛根素峰与其他组分峰的分度度为 10.00 理论板数以葛根素峰计算为 7706。

### 2.5 线性考察

取葛根素对照品约 20mg 精密称定: 20.31mg 置于 50.0mL 的量瓶中, 用 50% 甲醇溶解, 定容, 摇匀, 得对照溶液

1. 浓度为 0.4062mg/mL。对照溶液 1 逐倍稀释成不同浓度的溶液, 分别进样 0.0320, 0.0635, 0.1270, 0.2540, 0.5080, 1.0155, 2.0310μg 进行色谱分析, 测定峰面积。以峰面积值为纵坐标 (Y), 进样量为横坐标 (X) 作回归方程, X 单位为 μg 得直线方程  $y = 3945.6x - 11.122$  相关系数  $R = 1.0000$ , 表明进样量在 0.0320 ~ 2.0310μg 范围内, 峰面积与进样量呈良好的线性关系。

### 2.6 精密度考察

依法取同一对照溶液 (浓度为 0.0508mg/mL) 连续进样 6 次, 测定结果: 峰面积 RSD 为 0.28% ( $n = 6$ )。

### 2.7 重复性考察

取同一批号脑得生片样品 6 份 (批号: 050301), 按供试品溶液的制备方法制备, 分别依法测定。测定结果: RSD 为 0.57% ( $n = 6$ )。

### 2.8 稳定性实验

取同一供试品溶液每间隔 4h 依法测定一次, 共测定 7 次, 测定葛根素峰面积。测定结果: RSD 为 0.37% ( $n = 6$ ), 结果表明供试品溶液在 24h 内基本稳定。

### 2.9 回收率考察

采用加样回收法, 样品 9 份 (批号 050301) 每份称取 0.05g 精密称定。每份分别精密加入对照溶液 (浓度为 0.4062mg/mL) 2.3, 5mL, 按供试品溶液的制备方法制备, 分别依法测定。结果见表 1。

表 1 回收率实验结果

Tab 1 The results of recovery tests

| 取样量 (g) | 样品中葛根素的量 (mg) | 加入对照的量 (mg) | 测定总量 (mg) | 回收率 (%) | 平均回收率 (%) | RSD (%) |
|---------|---------------|-------------|-----------|---------|-----------|---------|
| 0.0501  | 1.0679        | 0.8124      | 1.8844    | 100.5   |           |         |
| 0.0516  | 1.0998        | 0.8124      | 1.9329    | 102.5   |           |         |
| 0.0569  | 1.2128        | 0.8124      | 2.0449    | 102.4   |           |         |
| 0.0520  | 1.1084        | 1.2186      | 2.3530    | 102.1   | 102.0     | 0.62    |
| 0.0513  | 1.0934        | 1.2186      | 2.3300    | 101.5   |           |         |
| 0.0532  | 1.1339        | 1.2186      | 2.3803    | 102.3   |           |         |
| 0.0577  | 1.2300        | 2.0310      | 3.3021    | 102.0   |           |         |
| 0.0505  | 1.0764        | 2.0310      | 3.1478    | 102.0   |           |         |
| 0.0511  | 1.0892        | 2.0310      | 3.1679    | 102.3   |           |         |

### 2.10 定量限考察

取对照溶液 ( $c = 0.0064\text{mg/mL}$ ) 2.0mL 于 25.0mL 的量瓶中, 得对照溶液 9 ( $c = 0.000512\text{mg/mL}$ )。进样 5μL 测定。结果葛根素峰的信噪比为 10.3 所以定量限为 0.0025μg。

### 2.11 中试 3 个批号样品的测定

取三批样品, 按供试品溶液的制备方法制备, 分别依法测定。结果见表 2。

表 2 样品测定结果

Tab 2 Results of sample determination

| 批号     | 每片中葛根素的量 (mg) |
|--------|---------------|
| 050401 | 9.35          |
| 050402 | 7.51          |
| 050403 | 7.47          |

### 3 讨论

3.1 曾比较不同流动相系统,如甲醇-水,甲醇-乙腈-水,甲醇-乙腈-0.2mol/L磷酸盐缓冲盐溶液,甲醇-乙腈-0.1%枸橼酸溶液,甲醇-0.1%枸橼酸溶液,甲醇-乙腈-0.2%磷酸溶液,并分别考察了不同的比例,结果表明,以甲醇-乙腈-水(74:20:6)为流动相分离效果好,而且方便。

3.2 曾比较不同的提取溶剂,如甲醇、乙醇、50%甲醇。结果发现:乙醇提取的供试品在同样的条件下基线不能回0且分离度差。甲醇、50%甲醇提取供试品都有较好的系统适应性。50%甲醇对葛根素的提取率大于甲醇提取率。所以选择50%甲醇为提取溶剂。

3.3 曾比较不同的提取时间,结果超声(40kHz,300W)15min就能提取完全,所以选择提取时间为15min。超声提取方便可行,且分离能达到要求。

3.4 孙立华等<sup>[6]</sup>曾用高效毛细管电泳法测定葛根及其制剂脑得生片中葛根素的含量。比较而言,本实验的方法比较方便,与脑得生中测定三七皂苷用同一设备,同一根柱,流动相

组成亦相近。

### 参考文献

- [1] 中国药典 2005年版一部[S]. 2005: 572
- [2] 范学理. 葛根素对犬血压、血管反应性、脑循环及外周循环的作用[J]. 中华医学杂志, 1974, 54(4): 265
- [3] 王福文, 朱燕, 胡志力, 等. 葛根素对体内血栓形成及血液流变学影响[J]. 山东医药工业, 2003, 22(2): 52
- [4] 马丽娜, 刘庶珠, 王静杰, 等. 葛根素对脑梗死患者脑循环动力学影响的研究[J]. 中华实用中医药杂志, 2005, 18(5): 637.
- [5] 鲁国志, 哈钱媛. 葛根素注射液治疗急性脑梗死临床疗效观察[J]. 中华实用中西医结合杂志, 2004, 17(12): 1784.
- [6] 孙立华, 胡永明, 邹德禄, 等. 高效毛细管电泳法测定葛根及其制剂脑得生片葛根素的含量[J]. 中国药学杂志, 2000, 35(10): 694-696.

收稿日期: 2005-11-22

## 原子荧光光谱法检测薄膜包衣粉中 As、Pb 含量的前处理方法研究

贾毅, 邱湘龙\*, 张育胜, 黄葛琳, 仇佩玲(温州小伦包衣技术有限公司, 浙江 温州 325027)

**摘要:**目的 建立适合于原子荧光光谱法检测薄膜包衣粉中 As、Pb 含量的前处理方法。方法 采用干法和消解器法两种消解方法对薄膜包衣粉中 As、Pb 含量分别进行检测, 通过回收率的对比, 确定最佳的前处理方法。结果 通过干法消解, Pb 的回收率约为 43%; 通过消解器法消解, Pb 的回收率约为 90%, As 的回收率约为 80%。结论 薄膜包衣粉的消解方法以消解器法最为合适、可行。

**关键词:** 原子荧光光谱法; 消解; As、Pb

中图分类号: R917.799.2 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2006)03-0225-03

### Research on pretreatment of film coating powder for determination of As、Pb by atomic fluorescence spectrometry

JIA Yi; QIU Xiang-long; ZHANG Yu-sheng; HUANG Ge-lin; QIU Pei-lin(Wenzhou Xiaolun Coating Technology Limited Company, Wenzhou 325027, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To study the pretreatment method of film coating powder for assay of As、Pb by atomic fluorescence spectrometry. **METHODS** As and Pb were determined after the film coating powder were decomposing by dry process or decomposer. The method was selected after the recoveries of As and Pb by two pretreatment methods were compared. **RESULTS** Decomposing by dry process, Pb the recovery of Pb was approximate 43%, While decomposing by decomposer, the recovery of Pb rate was approximate 90%, the recovery of As was about 80%. **CONCLUSION** Decomposing of film coating powder by decomposer is more suitable and feasible.

**KEY WORDS** Atomic Fluorescence spectrometry; decompose; As、Pb

作者简介: 贾毅, 执业药师, 质量工程师, 主要从事药品质量管理工作。

\* 通讯作者, Tel 0577-88924788 E-mail xly@xly.cn 地址: 温州市黎明东路山路后巷 78 弄 2 号。