

好。

**3.3 流动相比比例的选择** 以 1% 的醋酸水溶液与甲醇的混合物为流动相,调整二者比例,可获得不同分离效果及保留时间。增加流动相中水的比例,依达拉奉保留时间约为 5min,但峰形差;减少水的比例,峰形好,但出峰太快。1% 的醋酸水溶液 甲醇 (40:60) 作为流动相,此时得到的峰形较好、保留时间适宜。

#### 参考文献:

- [1] Graul, Castaner J. Edaravone (MCF186) [J]. *Drugs Future*, 1996, 21 (10): 1014  
 [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 (二部) [S] 北京: 化学工业出版社, 2000. 附录 VD; 附录 A

(收稿日期: 2004-12-13; 修回日期: 2006-04-19)

(本文编辑 梁爱君)

文章编号: 1008-9926(2006)06-0460-03 中图分类号: R917 文献标识码: A

## 天麻胶囊中天麻素含量测定方法的研究

王彦斌, 聂凌云, 罗兴平

(西北民族大学化工学院 甘肃 兰州 730030; 中国人民解放军总后勤部卫生部药品仪器检验所 北京 100071)

**摘要:**目的 测定天麻胶囊中天麻素的含量。方法 采用高效液相色谱法。色谱柱为 Diamonsil C<sub>18</sub> 柱 (250mm ×4.6mm, 5μm); 乙腈-0.2% 磷酸 (3:97) 为流动相, 流速: 1.0ml/min; 检测波长 220nm。结果 天麻素在 0.25~2.5μg 范围内具有良好线性关系, 平均回收率为 97.32%, RSD 为 1.54%。结论 该法可用于天麻胶囊中天麻素的含量测定。

**关键词:**天麻胶囊; 天麻素; HPLC

## Study on the Method for Quantitative Determination of Gastrodin in Tianma Capsule by HPLC

WANG Yan-Bing, NIE Ling-Yun, LUO Xing-Ping

(Chemical Engineering Institute of Northwest Minority University, Lanzhou 730030, Gansu China)

(Institute for Drug and Instrument Control of PLA, Beijing 100071 China)

**ABSTRACT:** **Aim** To determine the content of Gastrodin in Tianma Capsule. **Methods** The HPLC analysis was carried out on Diamonsil C<sub>18</sub> column (250mm ×4.6mm, 5μm). The mixture of acetonitrile - 0.2% phosphoric acid (3:97) was used as the mobile phase. The flow rate was 1.0ml/min while the detection wavelength was at 220nm.

**Results** The linear range of Gastrodin was 0.25~2.5μg. The average recovery of this method was 97.32% and the RSD was 1.54%. **Conclusion** The method can be applied in quantitative determination of the preparation.

**KEY WORDS:** Tianma Capsule, Gastrodin, HPLC

天麻胶囊由天麻、羌活、杜仲、当归等 10 味药组成,具有祛风除湿、舒筋通络、活血止痛的功能,临床用于治疗肝肾不足、风湿痹阻导致的肢体拘挛、手足麻木、腰腿酸痛有很好的疗效。原质量标准收载于卫生部药品标准中药成方制剂第三册,但缺乏相应的含量测定指标,仅有的薄层鉴别也没有随行对照,专属性较差,药品的内在质量无法有效控制。

为规范药品生产,适应中药现代化的要求,有必

要建立制剂的含量测定项目。处方中天麻为君药,具有平肝息风止痉的功能,其主要有效成分为天麻素,近年来文献报道有关各种制剂中天麻素的含量测定主要采用 HPLC 法<sup>[1-4]</sup>,这些方法提取时有的采用柱层析净化,有的采用溶液萃取净化,操作繁琐,又极易引起测定误差,本文经过对比筛选简化操作,样品经简单的回流提取即可进样测定,操作简便、方法准确,灵敏度高,可很好的控制天麻胶囊的内在质量。

### 1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪、Agilent 1100 DAD 二极管阵列检测器 (均为美国 Agilent 公司); SB5200 超声波清洗器 (上海 Branson 公司); Milli Q 超纯水机 (法国 Millipore 公司); 天麻素对照品 (中国药品生物制品检定所, 供含量测定用); 天麻胶囊 (厂家及批号见表 2); 乙腈为色谱纯; 水为超纯水; 其余试剂均为分析纯。

### 2 色谱条件

Diamonsil C<sub>18</sub> 柱 (250mm × 4.6mm, 5μm); 流动

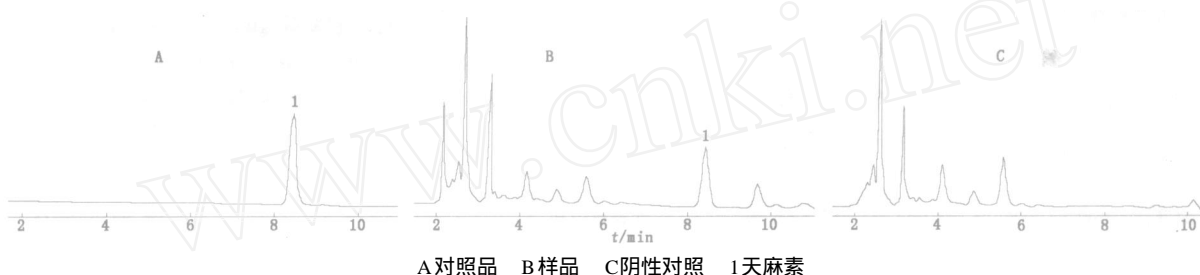


图 1 高效液相色谱图

Fig1 HPLC Chromatogram of Tianma Capsule

相: 乙腈-0.2%磷酸 (3:97), 流速: 1.0ml/min; 检测波长 220nm。

加甲醇制成 0.25mg·ml<sup>-1</sup> 的溶液, 精密吸取 1、2、4、6、8、10ml 于 10ml 量瓶 中加 甲 醇 稀 释 至 刻 度, 摇 匀, 各 进 样 10μl, 按 上 述 色 谱 条 件 测 定 峰 面 积, 以 峰 面 积 值 为 纵 坐 标, 天 麻 素 量 (μg) 为 横 坐 标, 计 算 回 归 方 程 为:

$$Y = 4231.34X + 31.22, r = 0.9999$$

表明天麻素在 0.25 ~ 2.5μg 范围内具有良好线性关系。

**3.4 精密度试验** 取对照品溶液, 进样 10μl, 重复进样 8 次, 计算峰面积的 RSD 为 1.09%。

**3.5 稳定性试验** 取天麻胶囊样品溶液 (批号为 20050108) 在 0、0.5、1、2、4、6、8h 分别进样 10μl, 记录峰面积, 计算 RSD 为 1.57%。表明样品溶液在 8h 内稳定。

**3.6 重复性试验** 取天麻胶囊 (批号 20050108), 平行做 6 份样品, 按样品测定法测定, 结果含天麻素分别为 1.18、1.17、1.13、1.20、1.19、1.15 mg·g<sup>-1</sup> (RSD = 2.23%, n = 6) 表明本法重现性较好。

**3.7 回收率试验** 采用加样回收法, 取已知含量的天麻胶囊 (批号 20050108, 含量为 1.17mg·g<sup>-1</sup>) 样品 6 份, 精密称定, 分别精密加入天麻素适量, 按样品溶液制备项下操作, 依法制备、进样、记录色谱图、计算回收率, 结果见表 1。

### 3 方法与结果

**3.1 对照品溶液的制备** 精密称取天麻素对照品, 加甲醇制成 0.12mg·ml<sup>-1</sup> 对照品溶液。

**3.2 系统适应性试验** 取样品溶液, 阴性对照溶液及对照品溶液, 照色谱条件项下色谱条件, 各进样 10μl, 测得 HPLC 图谱, 见图 1。图谱表明阴性对照溶液色谱峰不干扰供试品溶液色谱峰中的天麻素峰。理论塔板数按天麻素峰计算约为 4500。

**3.3 线性关系的考察** 精密称取天麻素对照品,

表 1 天麻素回收率试验结果

Tab1 Recovery results of Gastrodin

称样量 (g)	样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
0.5217	0.6104	0.633	1.2349	98.66		
0.5192	0.6075	0.633	1.2356	99.23		
0.5354	0.6264	0.633	1.2308	95.48	97.32	1.54
0.5261	0.6155	0.633	1.2254	96.34		
0.5228	0.6117	0.633	1.2317	97.95		
0.5174	0.6054	0.633	1.2148	96.28		

**3.8 样品测定** 取本品内容物, 研细, 取 1g, 精密称定, 加乙醚 50ml, 加热回流 1.5h, 弃去乙醚液, 残渣挥尽乙醚, 置索氏提取器中加甲醇, 加热回流 3h, 提取液蒸干, 残渣加甲醇溶解并定容至 10ml, 摇匀, 用 0.45μm 的微孔滤膜滤过, 续滤液作为测定溶液。另取不含天麻药材的阴性对照, 同法制成阴性对照溶液。分别精密吸取对照品与样品溶液各 10μl, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 记录色谱图, 以外标法计算样品中天麻素的含量, 结果见表 2。

### 4 讨论

**4.1 测定波长的选择** 通过对天麻素色谱峰进行光谱测定, 结果表明天麻素 UV 吸收峰位于 220nm 和 270nm, 文献<sup>[1-4]</sup>多选用 270nm 作为测定波长, 试验中发现以 270nm 作为吸收波长, 杂质成分对天麻

色素谱峰的干扰较少,但灵敏度也较 220nm 大为降低,本文选用 220nm 作为测定波长,提取时先以乙醚回流提取,除去脂溶性杂质对天麻素色谱峰的干扰,天麻素色谱峰得到基线分离,杂质成分无干扰。

表 2 样品测定结果 ( $n=3$ )Tab2 Determination results of the samples ( $n=3$ )

生产厂家	批号	天麻素含量 ( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )	RSD (%)
黑龙江格润药业 有限责任公司	20050108	1.17	1.02
	20050401	1.26	0.59
吉林省银河制药厂	20050101	1.81	0.71
	20050506	0.91	0.69
通化金马药业集团 股份有限公司	20050507	1.02	1.34
	20050122	0.96	0.85

4.2 提取溶剂的选择 试验中分别用 80% 甲醇、乙醇、甲醇进行样品提取试验,结果表明 3 种提取溶剂天麻素含量结果相同,但以甲醇作为溶剂时杂质峰较少,故确定甲醇为提取溶剂。

4.3 采用建立的方法对 3 个厂家 6 个批次的天麻胶囊样品中天麻素的含量进行了测定,结果表明天麻素的含量在  $0.91 \sim 1.81 \text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$  之间,相差较多,说明建立天麻胶囊中天麻素的含量测定方法以控制制剂的内在质量很有必要。

## 参考文献:

- [1] 沙东旭,白旭东,张治国. HPLC测定大川芎颗粒中天麻素的含量[J]. 中成药, 2005, 27(9): 1101
- [2] 叶利明,侯世详,卢懿. 天麻药材的 HPLC含量测定方法比较研究[J]. 药物分析杂志, 2005, 25(4): 399
- [3] 徐自升,丁安伟,潘扬,等. HPLC测定天舒滴丸中天麻素的含量[J]. 中成药, 2004, 26(3): 252
- [4] 唐志书,王梅,史亚军,等. HPLC测定眩晕宁胶囊中天麻素的含量[J]. 现代中医药, 2005, 25(5): 66

(收稿日期: 2006-05-22; 修回日期: 2006-07-26)

(本文编辑 狄亚敏)

文章编号: 1008-9926(2006)06-0462-03 中图分类号: R917 文献标识码: A

## HPLC法测定风湿定胶囊中丹皮酚含量

迟归兵, 雷岚, 袁继民, 宋茹

(中国人民解放军济南军区药品仪器检验所 山东 济南 250022)

摘要:目的 采用 HPLC法对风湿定胶囊中丹皮酚含量进行测定。方法 Agilent ZORBAX XDB-C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6mm × 250mm, 5 $\mu$ m), 流动相为甲醇-水 (80:20), 检测波长 274nm, 流速为 1ml/min, 柱温 35 $^{\circ}$ C。结果 丹皮酚在 0.0313~0.6260 $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系,  $r=0.9999$ , 平均回收率为 97.5%, 供试品溶液在 8h 内稳定, RSD 为 1.05%。结论 本方法简单、快速、准确, 能够获得满意的测定结果。

关键词: HPLC; 风湿定胶囊; 丹皮酚

## Determination of Paeonol in Fengshiding Capsules by HPLC

CHI Gui-Bing, LEI Lan, YUAN Ji-Min, SONG Ru

(Institute for Drug and Instrument Control of Jinan Military Command of PLA, Jinan 250022, Shandong China)

**ABSTRACT:** **Aim** To construct an HPLC method for the determination of paeonol in Fengshiding capsules. **Method** The HPLC system consisted of C<sub>18</sub> column (4.6mm × 250mm, 5 $\mu$ m), methanol-water (80:20) as mobile phase, a flow rate (1ml/min) and column temperature at 35 $^{\circ}$ C. **Results** Paeonol showed a good linear relationship with in a range of 0.0313~0.6260 $\mu$ g ( $r=0.9999$ ); the mean recovery was 97.5%, and the RSD within 8 hours was 1.05%. **Conclusion** The method is simple and accurate and can be used for quality control in Fengshiding capsules.

**KEY WORDS:** HPLC; Fengshiding Capsules; Paeonol

风湿定胶囊是由中国人民解放军济南军区药品仪器检验所研制开发的仿制新药。由八角枫、徐长

作者简介: 迟归兵 (1979-), 男, 山东夏津人, 硕士, 药师。研究方向: 新药研发。Tel: (0531) 87953006-73725

通讯作者: 宋茹 (1960-), 女, 山东德州人, 副主任药师。研究方向: 新药研发。Tel: (0531) 87953006-73725