

文章编号: 1007- 2985(2006) 03- 0117- 02

心脉通滴丸中葛根素含量的 HPLC 法测定

彭咏梅¹, 何咏梅²

(1. 湖南湘泉制药有限公司, 湖南 吉首 416000; 2. 北京燕化凤凰医院药剂科, 北京 102500)

摘要: 使用高效液相色谱法测定心脉通滴丸中葛根素的含量, 结果表明: 在 4.16~83.2 mg/L 范围内, 进样浓度与峰面积值有良好的线性关系, $y = 3814.6x - 12.716$, $R^2 = 0.9999$; 平均回收率为 100.84%, RSD 为 1.06%。该法准确, 重现性好, 效率高, 操作简便。

关键词: 心脉通滴丸 葛根素; 高效液相色谱法

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

心脉通滴丸是湖南湘泉制药有限公司根据心脉通片改剂而得。心脉通片收录文献[1], 由当归、决明子、钩藤、牛膝、丹参、葛根、槐花、毛东青、夏枯草、三七等 10 味中药组成, 具有活血化瘀, 通脉养心, 降压降脂作用。用于治疗高血压、高血脂等疾病。原片剂的质量标准中未对其有效成分进行定量。笔者参照文献[2]方法, 用 HPLC 测定心脉通滴丸中葛根素的含量。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪; 葛根素, 中国生物制品检定所, 批号 111630-200301; 甲醇, 天津化学试剂一厂, 色谱纯; 超纯水, 湘泉制药有限公司自制; 心脉通滴丸, 湖南湘泉制药有限公司自制, 标示量为 0.25 mg/丸。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Luna C18 (5 μm, 250 mm × 4.6 mm); 流动相: 甲醇-水(25/75); 检测波长: 250 nm; 流速: 1 mL/min; 柱温: 25 °C; 进样量: 20 μL。理论塔板数按葛根素计算应不低于 4000。阴性液在与相对应照品相同保留时间无杂质峰出现, 对测定无干扰。

2.2 对照品溶液的配制

精密称取葛根素对照品 10.4 mg, 置于 25 mL 量瓶中, 加 30% 乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的配制

精密称取研碎后的心脉通滴丸细粉 100.5 mg, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入 30% 乙醇 50 mL, 塞紧, 称定重量, 超声处理 20 min, 放冷, 重新称量并用 30% 乙醇补足减失的重量, 摇匀, 密塞, 静置, 取上清液 4000 r/min 离心 10 min, 再取上清液用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 取续滤液作为供试品溶液。

2.4 阴性对照液的配置

精密称取按心脉通滴丸制法制成不含葛根的阴性样品细粉 101.7 mg, 置于 10 mL 具塞锥形瓶中, 余下操作按供试品溶液配制方法进行, 制成阴性对照液。

2.5 线性范围

精密吸取葛根素对照品溶液 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, 6.0, 8.0, 10.0 mL 分别置于 7 个 10 mL 容量瓶中, 以 30% 乙醇定容, 制备成的对照品溶液。各精密量取 20 μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 测定峰面积, 以峰面积值(A)对浓度(C)进行线性回归, 得回归方程: $y = 3814.6x - 12.716$, $R^2 = 0.9999$ 。结果表明, 浓度在 4.16~83.2 μg/mL 范围内, 进样浓度与峰面积值有良好的线性关系。

收稿日期: 2006-03-07

作者简介: 彭咏梅(1969-), 女, 湖南省保靖县人, 湖南湘泉制药有限公司医药工程师; 何咏梅(1970-), 女, 北京市人, 北京燕化凤凰医院药剂科副主任药剂师。

2.6 进样精密度

精密量取葛根素对照品溶液(24.96 mg/L) 20 L 注入液相色谱仪,重复进样 6 次测定,记录色谱图,计算相对标准偏差,结果显示:RSD 为 0.28%。表明本法的精密度良好。

2.7 稳定性试验

精密吸取同一供试品溶液,分别于 0, 2, 4, 6, 8, 12 h 测定样品,结果表明:供试品溶液在 12 h 内稳定,平均吸收度为 2.902.0, RSD 为 0.33%。

2.8 重复性试验

按含量测定项下方法,对同一批样品 6 份进行测定,求得相对标准偏差,结果 RSD 为 0.96%,表明本法的重现性良好。

2.9 加样回收试验

表 1 加样回收试验结果

样品葛根素含量 mg	对照品葛根素加入量 mg	实测值 mg	回收率 %
0.175 4	0.166 4	0.340 9	99.46
0.188 4	0.166 4	0.353 2	99.04
0.189 2	0.166 4	0.359 1	102.10
0.180 5	0.166 4	0.352 1	103.12
0.180 1	0.166 4	0.350 2	102.20
0.186 3	0.166 4	0.352 9	100.12
平均回收率 %			100.84
RSD %			1.06

取已知葛根素含量的本品(含葛根素 0.3631%),共取 6 份,置 50 mL 的锥形瓶中,分别精密加入葛根素对照品溶液(0.083 2 mg/mL) 2.0 mL,精密加入 30% 乙醇 50 mL,塞紧,称定重量,超声处理 20 min,放冷,重新称量并用 30% 乙醇补足减失的重量,摇匀,密塞,静置,取上清液 4 000 r/min 离心 10 min,再取上清液用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液,并按含量测定方法进行测定,计算回收率,平均回收率 100.84%, RSD 1.06%

(表 1)。试验结果表明该法的准确度好。

2.8 样品测定

适量(约 0.1 g)称取样品 10 批,研细,精密称定质量,同供试品溶液的配制方法,制定供试样品溶液。分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20 L,注入液相色谱仪,测定结果见表 2。

表 2 10 批样品含量测定结果

批号	041101	041102	041103	041104	041105	041106	041107	041108	041109	041110
含量 %	0.276	0.304	0.296	0.263	0.291	0.298	0.284	0.282	0.310	0.274

3 讨论

药品的含量测定是评价药品质量的主要指标之一,要求采用的方法应具有专属性和准确性。本品为复方制剂,改剂型前的片剂无含量测定,为更全面地反应和控制产品的质量,笔者最初拟定 2 个成分(芦丁及葛根素)的含量测定,但在实验过程中,由于芦丁的降解,用 HPLC 法不能准确地进行测量,故选择以葛根素作为含量测定指标。

制备心脉通滴丸供试品溶液时,由于杂质较多,使用微孔滤膜过滤较困难,可先采用离心的方法,除去较大杂质,再用微孔滤膜过滤。

对流动相的选择,笔者曾使用 2 种配比的甲醇-水(25/75 和 30/70)进行实验,结果发现当配比为 25/75 时出峰时间适中,分离度较好。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部部颁药品标准,中药成方制剂(第 6 册)[S]. 1998.
- [2] 黄燕玲.HPLC 法测定心脉通片中葛根素的含量[J]. 广东药学,2002,12(4):10.

Determination of Puerarin in Xingmaitong Drop Pills by HPLC

PENG Yong-mei¹, HE Yong-mei²

(1. Hunan Xiangquan Pharmaceutical Ltd., Jishou 416000, Hunan China; 2. Medicament Office of Beijing Yanhua Fenghuang Hospital, Beijing 102500, China)

Abstract: Objective To establish a method for determination of Puerarin in xingmaitong. Method HPLC was used, the separation was performed on Luna C18 (5 μg, 250 mm × 4.6 mm) column, a mixture of methanol-water(25/75) was served as the mobile phase, and the detecting wavelength was at 225 nm. Results The linearity range was from 4.16 ~ 83.2 mg/L, and the mean recovery was 100.84%, RSD 1.06%. Conclusion The method is simple, accurate and good for the determination of Puerarin in Xingmaitong, and it can be used for quality control for Xingmaitong.

Key words: Xingmaitong drop pills; puerarin; HPLC

(责任编辑 易必武)