

HPLC 测定预防非典型肺炎颗粒中葛根素的含量

★ 张鏖 李小珠 (中山大学新华学院 广州 510000)

摘要:目的:建立预防非典型肺炎颗粒中葛根素含量的测定方法。方法:应用 HPLC 法对非典型肺炎中葛根的有效成分葛根素进行了含量测定。结果:方中葛根素含量测定线性范围为 0.298~2.980 μg , 平均回收率为 97.0%, RSD 为 1.1%。结论:含量测定方法简便可靠,重复性好,作为药品标准可有效地控制本品的质量。

关键词:预防非典型肺炎颗粒;HPLC;葛根素;质量标准

中图分类号:R 284.1 **文献标识码:**B

预防非典型肺炎颗粒由葛根、蒲公英、金莲花、大青叶、紫苏叶 5 味中药经提取加工制成,具有清热解毒,散风透邪的功效,用于预防非典型肺炎。葛根为豆科植物野葛或甘葛藤的干燥根,具有解肌退热、生津、透疹、升阳止泻功效,用于外感发热头痛、项背强痛、口渴、消渴、麻疹不透、热痢、颈项强痛。葛根素为其主要有效成分,为有效控制产品质量,采用高效液相色谱法对其葛根素含量进行了测定。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10A 液相色谱仪,SPD-10A 检测器,CLASS-LC10 色谱工作站。葛根素对照品(购至中国药品生物制品检定所,批号 110752-200209)。预防非典型肺炎颗粒,广东一方制药有限公司,批号(030315、030422、030958)。甲醇为色谱纯,其它试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:Merck LiChrospher 100 RP-18(250 mm $\times$ 4 mm,5 μm),柱温:40 $^{\circ}\text{C}$ 。流动相为:甲醇-水(25:75)。流速 1.0 ml/min,检测波长:250 nm。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液制备 取葛根素对照品适量,加甲醇溶解,制成每 1 ml 含 0.298 mg 的溶液。用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。

2.2.2 供试品溶液制备 取装量差异项下的本品适量,研细,取约 0.21 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 20 ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 250 W,频率 33 kHz)20 分钟,放冷,再称定重

量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.3 阴性对照液 按标准处方量制备缺葛根的颗粒,同法制备,得阴性对照液。

2.2.4 另取葛根药材 粉碎,取 2 g,加甲醇 30 ml,水浴加热回流 1 小时,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇定量转移至 5 ml 量瓶中,并定容至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,得葛根药材对照液。

2.3 系统适用性试验 分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照液、药材对照溶液各 10 μL ,分别进样测定,葛根素保留时间为 8.9 分钟,阴性对照色谱图在葛根素对应位置无干扰,供试品溶液、药材对照溶液与对照品溶液色谱峰相应位置上显示相应色谱峰。理论塔板数按葛根素峰计算应不低于 4500。

2.4 标准曲线的绘制 精密吸取对照品溶液 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 ml,置 10 ml 容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。依次进样各 10 μL ,按上述色谱条件进样测定,葛根素峰面积为 1297790、2685312、5324797、8013964、10739137、13240088,以峰面积积分值 A 为纵坐标,对照品量 X (μg)为横坐标,绘制标准曲线,计算回归方程。回归方程为 $A = 4466842X + 6066.4$, $r = 0.9999$,葛根素在 0.298~2.98 μg 范围内呈良好线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取葛根素对照品溶液(0.298 mg/ml)10 μL ,按正文所述色谱条件重复进样测定,RSD 为 0.3%,表明仪器精密度良好。

高效液相色谱法测定千柏鼻炎片中盐酸麻黄碱的含量

★ 林晓莲¹ 周国莉¹ 程聪¹ 詹云丽² (1. 深圳市罗湖区中医院 深圳 518001; 2. 广东惠州市药检所 惠州 516000)

摘要:目的:建立以高效液相色谱法测定千柏鼻炎片中盐酸麻黄碱含量的方法。方法:色谱柱为 Diamonsil C18 (5 μ m, 250 mm $\times$ 4.6 mm), 流动相:0.01 mol/L 磷酸二氢钾(用磷酸调节 pH 至 2.5):甲醇(94:6), 检测波长为 210 nm, 流速为 1.0 mL/min。结果:盐酸麻黄碱进样量为 0.076~0.415 μ g 范围内呈良好线性关系($r=0.9993$), 平均回收率为 99.93%, RSD 为 0.36%。结论:本法简便、快速、准确、专属性强, 可用于千柏鼻炎片的质量控制。

关键词:高效液相色谱法; 千柏鼻炎片; 盐酸麻黄碱; 含量测定

中图分类号:R 284.1 **文献标识码:**B

千柏鼻炎片由千里光、麻黄、卷柏、川芎等中药组成的复方制剂, 具有清热解毒、活血祛风、宣肺通窍的功效。用于急性慢性鼻炎、过敏性鼻炎、鼻窦炎及咽炎等症。盐酸麻黄碱是处方中的有效成分, 现行标准^[1]中仅对盐酸麻黄碱采用薄层色谱法作定性鉴别。为了更好地控制产品质量, 保证临床疗效, 现采用高效液相色谱法对制剂中主药麻黄的有效成分盐酸麻黄碱进行含量测定。

1 仪器与试剂

2.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 10 μ l 分别于 0、4、8、12、24 小时各进样 1 次, 其峰面积相对标准偏差(RSD)为 0.46%。说明在 24 小时内测定, 供试品溶液稳定。

2.7 重现性试验 取同一批号样品(0304220 批次), 共 5 份, 精密称定, 按照供试品溶液制备方法制得供试品溶液, 精密吸取供试品溶液 10 μ L, 进样测定, 结果葛根素含量平均值为 17.74 mg/g, RSD 值为 0.4%。

2.8 加样回收试验 取同一批已知含量的本品(批号 0304220)精密称取 5 份, 分别加入适量的葛根素对照品, 按供试品溶液制备项下方法测定葛根素的含量。平均回收率为 97.0%, RSD (%) 为 0.89, 表明此法回收率较好。

3 成品中葛根素含量测定

根据制订的方法, 测定了 3 批成品中葛根素的含量, 结果见表 1。

表 1 不同批次成品中葛根素含量测定结果 /mg·g⁻¹

批号	葛根素含量
030315	19.21
0304220	17.77
030958	18.80

LC-10ATVP 泵高效液相色谱仪(日本岛津公司), SPD-10AVP 型紫外可见检测器(日本岛津公司), 电子天平, 超声波清洗器。盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 171241-200303), 千柏鼻炎片(广州奇星药业有限公司, 批号 8028, 8065, 8101), 千里光(产地:浙江)、麻黄(产地:山西)、卷柏(产地:广东)、川芎(产地:四川)、决明子(产地:安徽)、羌活(产地:四川)、白芷(产地:浙江)均购自深圳市华辉医药公司; 阴性对照样品为

据 3 批成品葛根素含量测定结果, 建议规定:本品每克不低于 17 mg。

4 讨论

本试验根据葛根素的性质, 拟以甲醇为溶媒, 超声提取, 实验证明超声提取 30 分钟后, 即能将样品中葛根素基本提取完全, 故确立该提取方法。预防非典型肺炎颗粒为复方制剂, 干扰成分较多, 参考文献^[1~4]对流动相甲醇-水的不同比例进行试验摸索, 结果以甲醇-水(25:75)为最佳, 基线平稳, 葛根素峰与其他组分峰达到了基线分离。从实验结果可以看出, 供试品中葛根素的分离效果好, 方法简单、准确, 重现性好, 稳定性强, 可以作为本品得含量测定方法。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2005 年版[M]. 北京:化学工业出版社, 2005. 233。
- [2] 魏尊喜, 代磊. HPLC 测定消渴丸中葛根素的含量[J]. 中成药, 2003, 15(9): 772-773.
- [3] 代启良. HPLC 测定颈痛灵颗粒中葛根素含量[J]. 中成药, 2003, 15(10): 857-858.
- [4] 濮存海, 张晓骞. HPLC 测定小儿感冒舒颗粒中葛根素的含量[J]. 中成药, 2004, 26(8): 6-7.

(收稿日期:2008-11-24 责任编辑:曹征)