维普资讯 http://www.cqvip.com

文章编号:0253-3626(2005)05-0709-03

心可舒胶囊中葛根素含量的 HPLC 测定法

陈 邕[1], 江 舟[1], 胡 卫[2]

(1. 重庆医科大学附属第一医院药剂科,重庆 400016;2. 重庆市胸科医院药剂科,重庆 400036)

【摘 要】目的:建立以 HPLC 法测定心可舒胶囊中葛根素含量的方法。方法:色谱柱为 C_{18} 硅烷键合硅胶柱(250mm×4.6mm, 5μm),流动相为甲醇-1.5%冰醋酸-氯仿(25:74:1),流速为 1.1ml/min,检测波长为 250nm。结果:葛根素平均回收率为 99.2%,RSD 为 0.87%($n=5$)。结论:本方法准确、快捷、灵敏度高,重现性好,可用于心可舒胶囊质量控制。

【关键词】心可舒胶囊;葛根素;高效液相色谱法

【中国图书分类法分类号】R917 【文献标识码】A 【收稿日期】2005-05-17

Content determination of Puerarin in Xinkeshu Capsule by HPLC

CHEN Yong, et al

(*Department of Pharmacy, the First Affiliated Hospital, Chongqing Medical University*)

【Abstract】*Objective*: To establish a HPLC method for the content determination of Puerarin in Xinkeshu capsule. *Methods*: The chromatography condition included C18 silicane-bonded silica gel column (250mm×4.6mm, 5μm), MeOH-1.5% HAc-$CHCl_3$ (25:74:1) mixture as the mobile phase, detection wavelength at 250nm, 1.1ml/min of flow rate. *Results*: Puerarin was completely separated and no interference was found. The average recovery was 99.2%, RSD was 0.87% ($n=5$). *Conclusion*: The method is accurate, quick, sensitive and replicable, which is suitable for the quality control of Xinkeshu capsule.

【Key words】Xinkeshu capsules; Puerarin; HPLC

心可舒胶囊由中药材山楂、丹参、葛根、木香、三七等经提取制粒制成的中药复方制剂,具有活血化瘀、行气止痛之功效。临床用于治疗气滞血瘀型冠心病引起的胸闷、心绞痛、高血压、头晕、头痛、颈项疼痛及心律失常、高血脂等。卫生部药品标准第十五册收载有该药品,但仅建立了其山楂、丹参、木香的鉴别方法[1~3]。本文在该标准基础上,建立了心可舒胶囊中葛根素含量的 HPLC 测定法,它对该药品的定量质控具有实际意义,现将结果报告如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

美国 PE 公司 235C-250 高效液相色谱仪;梅特勒-托利多 AE240 双量程电子天平;超声振荡器。

1.2 试剂

甲醇 AR(重庆川东化工厂,020427)、冰醋酸 AR(上海化学试剂公司,020709)、氯仿 AR(重庆川东化工有限公司,20020528)。

1.3 对照品

葛根素(98091110)由中国药品生物制品检定所提供。

1.4 供试样品

心可舒胶囊(四川松鹤药业有限公司出品,020802)

1.5 葛根药材

供试品原材料,产地四川温江。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

十八烷基硅烷键合硅胶柱(250mm×4.6mm, 5μm),(瑞士 KPOMASIL 产),流动相为甲醇-1.5%冰醋酸-氯仿(25:74:1),检测波长为 250nm,流速为 1.1ml/min,柱温为室温;进样量为 5~20μl。

2.2 供试品溶液的制备

取样品内容物 2.0g,研细,精密称定,置索氏提取器中,加乙醇 50ml,加热回流提取至提取液近无色;蒸干提取液,加甲醇溶解,并用甲醇分次洗涤容器,滤

作者介绍:陈 邕(1965-),女,主管药师,
主要研究方向:药代动力学。

维普资讯 http://www.cqvip.com

过,置于 50ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

2.3 对照品溶液的制备

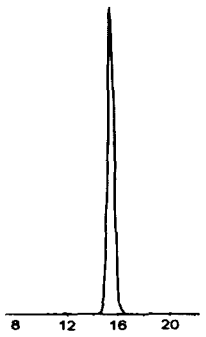
精密称取葛根素 125mg,置于 50ml 量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,摇匀,制成含葛根素 2.5 mg/ml 溶液。精密量取该溶液 1ml,置于 50ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得供试品溶液。

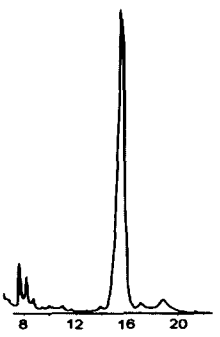
2.4 阴性对照品溶液的制备

按供试品配方制备成不含葛根素的阴性样品,再按 2.2 方法制备成阴性对照品溶液。

2.5 方法学考察

2.5.1 色谱条件选择 分别取对照品溶液及供试品溶液各 10μl,注入高效液相色谱仪中,按色谱条件进行试验,结果见图 1、图 2。结果表明样品基线分离良好。





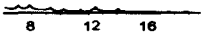


图 1 葛根素对照品色谱 图 2 心可舒胶囊色谱图 图 3 葛根素空白样品色谱图

2.5.2 标准曲线及线性分析 取对照品溶液 5.0、10.0、15.0、20.0、25.0μl,分别注入高效液相色谱仪中,依法测定峰面积积分值,以峰面积积分值 S 为纵坐标,进样量 V 为横坐标,得回归方程为 y = 38798560.59x − 13202589.09,$R = 0.9996$。结果表明,葛根素在 0.5~2.5μg 范围内与峰面积呈线性关系。

2.5.3 稳定性试验 分别取供试品溶液及对照品溶液保留在容量瓶中,每隔 1h 依法测定 1 次($n = 5$),结果见表 1。结果表明,供试品溶液及对照品溶液中葛根素在 4h 内稳定。RSD 分别为 0.97%、0.28%。

2.5.4 精密度试验 取对照品溶液,按上述色谱条件依法试验,每 30min 进样 1 次($n = 5$),各次测定的峰面积积分值(S)结果见表 2。

2.5.5 阴性对照试验 取阴性对照品溶液 10μl,进样,HPLC 结果见图 3,试验表明无干扰。

2.5.6 加样回收率试验 精密称取已知含量(0.12%)样品五份,分别加入葛根素对照品溶液(2.5mg/ml)1.0、1.5、2.0、3.0、4.0ml,按 2.2 方法制备供试品液 50ml,按上述色谱条件依法测定,进样量 10ul,结果见表 3。平均回收率为 99.2%,RSD 为 0.87%。

2.5.7 样品的含量测定 取心可舒胶囊及原料药材葛根各 10 批,按上述色谱条件,依法测定其葛根素平均含量(n=3),结果见表 4。

表 1 稳定性试验结果

样品	进样量	0h	1h	2h	3h	4h	RSD(%)
供试品	20μl	18198338	18240552	18809936	18240769	18392816	0.97
对照品	20μl	44126924	44391864	44098627	43892671	44012276	0.28

表 2 精密度试验结果

n	1	2	3	4	5	RSD(%)
S	18198338	18240552	18809936	18896056	18083236	1.7

表 3 加样回收率试验

供试品 (mg)	对照品(mg)	回收量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
2.4	2.5	4.8	98.3		
2.4	3.8	6.2	99.6		
2.4	5.0	7.4	100.2	99.2	0.85
2.4	7.5	9.9	99.7		
2.4	10.0	12.2	98.4		

维普资讯 http://www.cqvip.com

表 4 心可舒胶囊 10 个批次含量测定($n=3$)

序号	批号	胶囊含量(mg/粒)	RSD(%)	药材含量(%)	RSD(%)
1	020301	1.68	0.91	0.16	0.81
2	020302	0.95	1.00	0.10	0.64
3	020401	1.03	1.10	0.10	0.72
4	020402	1.46	0.89	0.15	0.66
5	020501	0.99	1.40	0.11	0.71
6	020502	0.71	1.20	0.07	0.81
7	020503	1.23	1.30	0.12	0.79
8	020603	0.92	1.10	0.09	0.65
9	020604	1.46	0.96	0.14	0.86
10	020605	0.81	0.87	0.08	0.77

3 结 果

采用 HPLC 法测定心可舒胶囊中葛根素含量，其样品及标准品基线分离良好，标准曲线线性分析 R=0.9996；本测定方法在 4h 内稳定，RSD 分别为 0.97%、0.28%。精密度试验(n=5)RSD=1.7%，平均加样回收率为 99.2%，RSD 为 0.87%。试验结果表明该方法对心可舒胶囊质量具有可控性，可作为心可舒胶囊中葛根素含量的测定方法。

4 讨 论

4.1 色谱柱选择

参考文献[4,5]，分别采用无定型硅胶键合柱 C_{18} (200mm×4.6mm，10μm，大连物化所)、ODS C_{18} (150mm×10mm，10μm，美国 PE 公司)及 ODS C_{18} (250mm×4.6mm 5μm，瑞士)为色谱柱，以不同的流动相进行预试，结果以 ODS C_{18}(250mm×4.6mm，5μm)为色谱柱，理论塔板数按葛根素峰计算不得低于 4000，供试品中葛根素达基线分离。

4.2 流动相的选择

参考文献[4,5]，分别以不同比例的甲醇－水、乙腈－水、甲醇－0.15%磷酸、甲醇－水－氯仿及甲醇－1.5%冰醋酸－氯仿作为流动相预试。结果以甲醇－1.5%冰醋酸－氯仿(24:75:1)为流动相，供试品中葛根素分离良好。

4.3 检测波长选择

参考文献[4,5]，分别选择 265、255、250nm 为检测波长进行预试，结果波长在 250nm 检测专属性强。

4.4 流速选择

参考文献[4]，分别采用 0.5、1.0、1.1ml/min 流速试验，结果流速为 1.1ml/min 时，葛根素出峰时间较短，一次进样周期为 25 分钟。本测定法受温度影响较大，易产生色谱峰漂移现象，应在实验时加柱温调节器。

参 考 文 献

[1] 赵陆华. 高效液相色谱法中药成份手册[M]. 第 1 版，北京：中国医药出版社，1994；606－614.

[2] 药典委员会. 卫生部药品标准[M]. 中药成方制剂保护第 1 分册[S]：122－125.

[3] 陈德昌. 中药化学对照品工作手册[M]. 第 1 版，北京：中国医药科技出版社，2000；155－156.

[4] 李群力. HPLC 法测定葛根素葡萄糖注射液中葛根素的含量[J]. 中草药，2002；33(5)：428－430.

[5] 周远大. 阿维 A 胶囊人体生物等效性研究[J]. 重庆医科大学学报，2004；29(2)：188－190.