

HPLC 法同时测定根痛平片中葛根素和芍药甙

北京医科大学
实验药厂(100083)
重点实验室

张立坤* 陈新旺
邹安庆

摘要 用 RP-HPLC 法同时测定根痛平片中的葛根素和芍药甙的含量,在 C_{18} 柱上以甲醇-乙腈-0.05 mol/L 磷酸二氢钠为流动相,用外标法定量,结果快速准确。

关键词 HPLC 葛根素 芍药甙

根痛平片具有祛风止痛,养血活血的功效,临床用于治疗颈椎病引起的颈部、肩臂、坐骨神经疼痛以及各种原因引起的神经根疼痛。

本品含有葛根、白芍等十几味中药,白芍的主要成分为芍药甙,葛根的主要成分为葛根素^[1],因此测定葛根素和芍药甙的含量可以评价该药的质量。用 RP-HPLC 法单独测定芍药甙^[2~4]或葛根素^[5~7]已有报道。但同时测定这两种成分的研究未见报道,我们用 RP-HPLC 法用混合流动相,同时测定这两种成分,取得了满意的结果。

1 方法与结果

1.1 材料与仪器:根痛平片:北京医科大学实验药厂提供。

葛根素、芍药甙对照品:中国药品生物制品检定所提供,以甲醇为溶剂分别配成 0.1 和 1.2 mg/mL 作为对照液。

高效液相色谱仪:Varian 5500,超声清洗仪:CQ 250 型,离心机:L×J-60-01 型。

试剂:甲醇、磷酸二氢钠、乙醇(分析纯)、乙腈(光谱纯),所用水均为双蒸水。

1.2 色谱条件:色谱柱:YWG- C_{18} 国产柱,流动相:0.05 mol/L 磷酸二氢钠-甲醇-乙腈=67:30:3(v/v),检测波长:UV250 nm 进样 10 μ L。按上述测定条件得色谱图 1。

1.3 线性关系:精密量取芍药甙对照品溶液:0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 分置 10 mL 量瓶中,以甲醇稀释至刻度;精密量取 3.0、

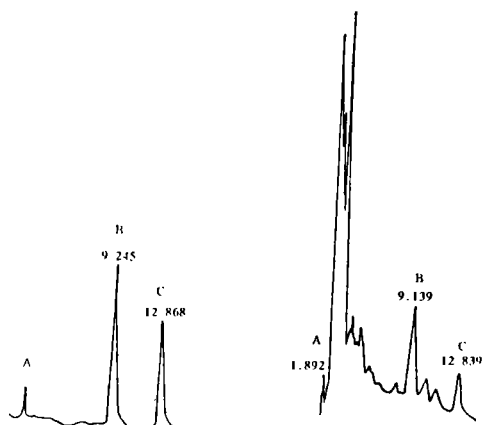


图 1 色谱图

I-混合对照品 II-根痛平片

A-溶剂 B-葛根素 C-芍药甙

4.0、5.0、6.0、7.0 mL 葛根素对照品溶液分置 10 mL 量瓶中以甲醇稀释至刻度。每个点进样测定二次,以峰面积对相应浓度作线性回归,得回归方程,芍药甙为 $Y = 2.0 \times 10^6 X - 1333$, $r = 0.9996$;葛根素为 $Y = 6.78 \times 10^6 X - 3946$, $r = 0.9963$,芍药甙在 60~300 μ g/mL,葛根素在 30~70 μ g/mL 范围内,线性关系良好。

1.4 精密度试验:对同一批样品按样品测定方法同时进样 5 次,求出相对标准偏差,葛根素 $RSD = 1.71\%$ ($n = 5$),芍药甙 $RSD = 2.79\%$ ($n = 5$)。

1.5 样品测定:精密称取本品细粉 0.3 g,准确加入 50%乙醇 10 mL,置 50℃水浴中超声提取 30 min 离心。精密吸取上清液 5 mL 置

* Address: Zhang Likun, Experimental Factory, Beijing Medical University, Beijing

10 mL 量瓶中,以 50%乙醇稀释至刻度,经 0.45 μ m 滤膜过滤即为供试品依法测定,由回归方程计算结果,见表 1。

表 1 样品测定结果

序号	葛根素(mg/片)	芍药甙(mg/片)
1	1.1	1.4
2	1.2	3.4
3	1.2	3.0
4*	0.8	2.9
5*	0.5	3.2

注: * 留样样品

1.6 加样回收:精密称取已知含量的根痛平片粉末一定量,准确加入一定量的芍药甙及葛根素对照品依法提取测定,计算回收率。芍药甙为 95.78%,RSD=2.0%(n=3),葛根素为 92.58%,RSD=2.3%(n=3)。

2 讨论

2.1 芍药甙和葛根素均有一定的极性,用水或 50%乙醇提取都可以。但水提使色谱环境较差,同时易使柱子堵塞,比较之后在 50℃

水浴超声 30 min 用 50%乙醇较用水提色谱环境较好。

2.2 检测波长选择:芍药甙 $\lambda_{max}=230$ nm,葛根素 $\lambda_{max}=250$ nm,处方中白芍的量远大于葛根的量,所以选用 250 nm 为测定波长。

2.3 由测定结果可见,芍药甙的含量较均匀,说明工艺过程较稳定,而葛根素的含量差别较大,其原因可能是药材的采摘季节不同的影响^[4],在贮存过程中光照、湿度、温度等是否有影响,还有待进一步探讨。

参考文献

1 房其年,等.药学报,1983,18(9):695
2 白亚民,等.中草药,1992,23(1):18
3 朱有事,等.中草药,1992,23(2):72
4 Wen Kuoching ,et al.J Chromatogr,1992,593:191
5 仲 英,等.中草药,1992,23(6):294
6 Wen Kuoching ,et al.J Chromatogr,1993,631:241
7 张小茜,等.中国中药杂志,1995,20(8):477

(1996-02-05 收稿)

溃疡宁胶囊定性实验

天津市第五中药厂(300050) 刘静红 韩学琴 王桂英 王淑芬

溃疡宁胶囊是以传统古方为基础,经调整处方配伍演化而成。该药具有清热解毒、制酸止痛,去腐生肌、愈合溃疡之功效。在治疗胃及十二指肠球部溃疡、幽门管溃疡、糜烂性胃炎等均有良好的效果。为控制药品内在质量,我们对该品的鉴别方法进行了探讨。

1 仪器与药品

珍珠、牛黄、青黛、冰片等;CS-930 型双波长薄层扫描仪,扫描方式:反射锯齿扫描,狭缝 1.2 mm×1.2 mm,灵敏度:MED;103 型气相层析仪;薄层板:青岛海洋化工厂;所用试剂均为分析纯。

2 鉴别

2.1 青黛的鉴别^[1]

2.1.1 TLC 鉴别:a)样品的制备:供试品溶液及对照品溶液的制备:取本品 1 g,加氯仿 10 mL 浸泡约

24 h,滤过,浓缩约至 5 mL,作为供试品溶液。另取青黛对照药材粉末 0.5 g 及不含青黛的成品粉末 0.5 g,各加氯仿 10 mL,同法制成对照药材溶液及空白对照液。再取靛玉红、靛蓝各 5 mg 加氯仿 5 mL 溶解,作为对照品溶液。

b)测定方法及结果:取上述溶液各约 4 μ L,分别点于硅胶 G 板上,以氯仿-乙醇(9:1)为展开剂,展开 10 cm,取出,晾干,样品及青黛对照溶液在相应的位置上有紫红色斑点(Rf=0.54),在 Rf=0.68 处有浅蓝色斑点,而空白对照液在两相应的位置上均无斑点。见图 1。

2.1.2 薄层扫描:取上述展开的薄板,对靛蓝点直接进行薄层扫描, $\lambda_s=540$ nm, $\lambda_R=650$ nm。

2.2 牛黄的鉴别^[2]

2.2.1 TLC 鉴别:a)样品的制备:供试品溶液及对