

表 1 样品中苦参碱的含量测定结果(<i>n</i> = 2)					
批号	950305	950311	950324	950404	950406
含量(mg/g)	1.7	1.6	1.8	1.5	1.6

3 讨论

采用薄层扫描法测定本品中苦参碱的含量,操作简单,分离效果满意,稳定性和重现性较好,为质量控制提供了较好的方法。

展开剂中含有浓氨试液,对显色的稳定性有较大的影响,因此,薄层板经展开后,须将氨挥尽。

经实验表明,改良碘化铋钾显色稳定性比稀碘化铋钾好。改良碘化铋钾显色后,需经约 10 min 方可晾干,故测定应在显色 10 min 后进行。

参 考 文 献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典. 上册. 上海: 上海科学技术出版社, 1986: 182
- 2 玉宝琴主编. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京: 中国医药科技出版社, 1994: 440

(1999-06-10 收稿)

RP-HPLC 法测定三通风湿康胶囊中天麻素的含量

深圳市人民医院(518020) 原文鹏*
中国药品生物制品检定所 马双成

摘 要 利用 RP-HPLC 法, 采用外标法测定了三通风湿康胶囊中天麻素的含量。对三通风湿康胶囊中天麻素的提取方法、测定条件进行了选择, 实验结果显示用甲醇超声处理, 过中性氧化铝柱方法提取较好。该方法的加样回收率为 99.29%, *RSD* 为 0.33%。
关键词 三通风湿康胶囊 天麻素 RP-HPLC 法 含量测定

Determination of Gastrodin in Santong Fengshikang Capsule by RP-HPLC

Shenzhen People's Hospital (Shenzhen 518020) Yuan Wenpeng
National Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products Ma Shuangcheng

Abstract Contents of gastrodin in Santong Fengshikang Capsule was determined by RP-HPLC with the use of external standard. Conditions for the extraction and determination of Gastrodin from Santong Fengshikang Capsule were optimized. Results showed that the samples should be extracted with methanol under ultrasonic wave, then passed through Al_2O_3 column. The average recovery of this method was 99.29 % and *RSD* 0.33 %.

Key words Santong Fengshikang Capsule gastrodin RP-HPLC determination

三通风湿康胶囊主要由天麻、灵芝、桑椹等组成, 具有清热祛湿之功, 用于风湿性关节炎。关于天麻中天麻素含量测定方法报道较多, 主要有分光光度法^[1]、薄层扫描法^[2]及 HPLC 法^[3,4]等。1995 年版中华人民共和国药典一部天麻项下也有 HPLC 法测定天麻素含量的规定, 但经研究均不适用本品。我们经过研究建立了 RP-HPLC 法测定三通风湿康胶中天麻素的含量, 分离效果好、简单快速、准确, 为控制三通风湿康胶囊内在质量提供了实验数据。

1 仪器与药品

1.1 SP8800 高效液相色谱仪(美国), SP200 紫外

检测器, SP4400 数据处理机, 10 μ L 定量进样管, In-s tersil ODS- C_{18} 柱(4.6 mm $\times$ 250 mm)。

1.2 药品: 对照品天麻素由中国药品生物制品检定所提供; 样品: 三通风湿康胶囊由北京东方百信生物技术有限公司提供。

流动相用乙腈为色谱纯, 提取、溶解用甲醇为分析纯; 流动相用水为去离子水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 流动相: 乙腈-水-磷酸(3 97 0.2), 柱温: 40 , 流速: 1 mL/min, 测定波长: 221 nm。

* Address: Yuan Wenpeng, Shenzhen People's Hospital, Shenzhen
原文鹏, 男, 1989 年毕业于北京中医药大学中药学院, 获医学学士学位。主管药师, 现在深圳市人民医院药学部工作。主要研究方向为中药、民族药的鉴定、整理, 新制剂、新剂型开发及质量控制, 医院药房管理等。

2.2 标准曲线的绘制: 精密称取 80 干燥至恒重的天麻素 5 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。从中吸取 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 mL 分别稀释至 10 mL。吸取上述溶液, 分别进样 10 μ L, 以进样量 X 为横坐标, 峰面积 Y 为纵坐标作图, 得回归方程为 $Y = 2\,822\,785X - 8\,040$, $r = 0.999\,9$ 。进样量在 0.1 ~ 0.5 μ g 范围内线性关系良好。

2.3 样品测定: 取本品内容物 0.5 g, 精密称定, 置具塞三角瓶中, 精密加甲醇 20 mL, 称重, 超声处理 30 min(提取功率大于 250 W, 频率大于 40 kHz), 放冷, 用甲醇补足重量, 滤过, 弃去初滤液 5 mL, 精密量取续滤液 1 mL 置水浴上蒸干, 残渣用少量水溶解, 加在中性氧化铝柱(100 ~ 200 目, 5 g, 内径 1.2 cm, 干法装柱)上, 用 70% 甲醇 30 mL 洗脱。收集洗脱液, 置水浴上蒸干, 残渣加甲醇溶解并定容于 10 mL 量瓶中, 摇匀。吸取上述溶液进样分析, 结果见表 1, 图 1。

表 1 天麻素的含量测定结果($n = 3$)

批号	含量(mg/粒)	RSD(%)
960306	3.49	1.07
960307	3.45	0.85
960308	3.51	1.14

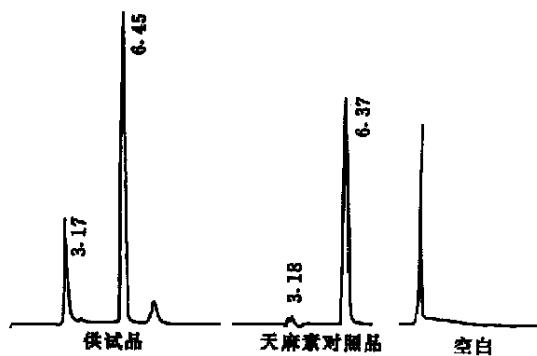


图 1 三通风湿康胶囊 HPLC 色谱图

2.4 重现性实验: 依样品测定步骤对同一批号样品重复分析 5 次, 测得每粒含量 (mg) 分别为 3.48,

3.46, 3.51, 3.52, 3.49, RSD 为 0.80%, 表明重现性较好。

2.5 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 10 μ L, 连续进样 6 次, RSD 为 0.88%, 表明仪器精密度良好。

2.6 加样回收率实验: 精密称取已知含量的三通风湿康胶囊内容物约 0.25 g, 加入天麻素对照品 3.5 mg, 按样品测定项下步骤进行分析。其结果平均回收率为 99.29%, RSD 为 0.33%。

2.7 稳定性实验: 取三通风湿康胶囊, 依样品测定项步骤制备样品, 每隔 2 h 进行分析, 共 7 次。其 RSD 为 0.88%。表明样品 12 h 内稳定。

3 讨论

3.1 检测波长的选择: 经对天麻素的紫外吸收光谱的测定, 其吸收峰波长为 221 nm 和 268 nm。由于在 268 nm 处, 样品峰很多, 且很难分离, 又由于在 221 nm 处的吸收度显著强于 268 nm 处, 故选择 221 nm 为测定波长。

3.2 提取溶媒: 根据天麻素和其他成分的理化性质及制备工艺条件, 选择了 70% 乙醇、90% 乙醇、无水乙醇、甲醇、甲醇-异丙醇(1:1) 为提取溶媒, 均超声处理 30 min, 制备供试液, 经测定比较, 以甲醇为提取溶媒为佳。

3.3 除杂质方法: 比较了硅胶柱和中性氧化铝柱, 结果表明上中性氧化铝柱除杂质好, 回收率高。

3.4 分离条件的比较: 经过甲醇-水不同比例(3:97, 5:95, 6:94, 7:93)、乙腈-水不同比例(3:97, 5:95, 6:94, 7:93)、乙腈-水-磷酸(3:97 0.2) 的比较, 确定为乙腈-水-磷酸(3:97 0.2), 流速 1 mL/min, 柱温为 40 $^{\circ}$ C。

参考文献

- 1 马公强, 等. 药物分析杂志, 1981, 1(3): 165
- 2 黄玉仙, 等. 中成药研究, 1988, 11(4): 58
- 3 程式之, 等. 药物分析杂志, 1984, 4(6): 344
- 4 程式之, 等. 贵州药讯, 1985, (1): 1

(1999-03-18 收稿)

(上接第 14 页)

1993: 831

3 龙春林. 云南省特种动植物产业与市场发展研讨会论文集. 昆明: 云南科技出版社, 1995: 172

4 Hellor S R. EPA/NIH Mass Spectral Danta Base. vol L-4 and

Supplement 1 Washington US: Government Printing Office, 1978 and 1988

(1999-03-26 收稿)