

HPLC法测定葛根素氯化钠注射液中葛根素的含量

刘新元¹,何永志²,王倩³

(1. 天津蓝恒医药化工技术研究所,天津 300204 2. 天津中医学院 中药系,天津 300193; 3. 天津市医药科学研究所,天津 300204)

摘要:目的 用 HPLC法测定葛根素氯化钠注射液的含量。方法 采用 ODS-C₁₈(250 mm× 4.6 mm, 5 μ m),流动相采用甲醇-1%柠檬酸钠水溶液(2:8),流速为 1.00 mL/min,检测波长为 250 nm。结果 进样量在 5~50 μ g/mL范围内线性良好, $r=0.9999(n=6)$,方法平均回收率为 99.8%, RSD 为 0.62%($n=15$)。结论 方法简便、准确、灵敏。

关键词: 葛根素;葛根素氯化钠注射液;高效液相色谱

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)09-0795-02

Determination of content of puerarin in PUERARIN AND SODIUM CHLORIDE INJECTION by RP-HPLC

LIU Xin-yuan¹, HE Yong-zhi², WANG Qian³

(1. Tianjin LAN HENG Institute of Medicine & Chemical Technology, Tianjin 300204, China; 2. Tianjin TCM College, Tianjin 300193, China; 3. Tianjin Institute of Industrial Hygiene and Occupational Diseases, Tianjin 300204, China)

Key words puerarin; PUERARIN AND SODIUM CHLORIDE INJECTION; RP-HPLC

葛根素(puerarin)是葛根中主要有效成分,其化学名为 4,7-二羟基-*U-D*-葡萄糖基异黄酮。临床上葛根素具有降血压、减慢心率^[1]、扩张冠状动脉、改善脑循环和微循环的作用^[2]。葛根素氯化钠注射液(Puerarin and Sodium Chloride Injection)是我所新开发产品,规格为 200 mg/100 mL,我们研究采用 HPLC法,以甲醇-1%柠檬酸钠水溶液(2:8)为流动相,C₁₈柱分离,能将分解产物、有关物质(3-甲氧基葛根素)与本品分离测定,方法操作简便,重现性良好,可用于该药的含量测定及质量控制。

1 仪器与试剂

美国 Spectra-Physics液相色谱仪; SP8810色谱泵; Spectra 100紫外检测器; Anastar 电脑积分仪;葛根素对照品(纯度为 99.9%)及葛根素氯化钠注射液(本所研制);甲醇为色谱纯;水为重蒸馏水,柠檬酸钠为分析纯。

2 测定条件及方法

2.1 色谱条件: 色谱柱: ODS-C₁₈(250 mm× 4.6 mm, 5 μ m),流动相采用甲醇-1%柠檬酸钠水溶液(2:8),流速为 1.00 mL/min,检测波长为 250 nm,进样量 10 μ L。

2.2 供试品溶液的制备与测定: 移取本品 1.50 mL,置于 100 mL量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,

即为供试品溶液。取此液 10 μ L注入液相色谱仪,测定。另称取对照品适量配制成 30 μ g/mL样品,同法测定。按外标法计算含量。

3 结果与分析

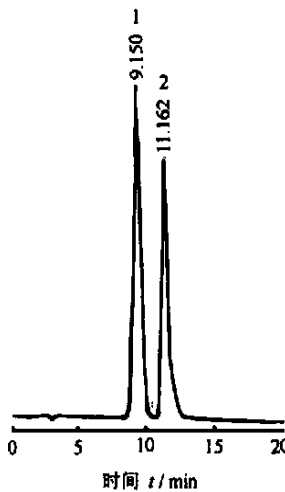
3.1 线性范围: 精密称取葛根素对照品 25 mg置于 50 mL量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。分别取 1.00, 2.00, 4.00, 8.00, 10.00 mL置于 100 mL量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。分别取 10 μ L注入液相色谱仪,记录色谱图。以浓度(C)对峰面积(A)绘制回归曲线。线性回归方程: $C=2.019 \times 10^{-5} A-0.196$, $r=0.9999$ 。其浓度在 5~50 μ g/mL范围内线性关系良好。

3.2 稳定性试验: 将对照品及供试品配成一定浓度,在室温下按 HPLC法分别在 0, 1, 2, 4, 8 h测定样品,结果 $RSD < 0.5\%$ 。

3.3 精密度试验: 取葛根素标准曲线中 5, 30, 50 μ g/mL的 3种浓度的对照品溶液,依法测定峰面积,分别进样 6次,结果证明方法精密度良好, RSD 分别为 0.78%, 0.63%, 0.75%。

3.4 重现性试验: 按试验方法配制同一批葛根素氯化钠注射液 5份,依法测定峰面积,结果证明重现性良好,日内、日间 RSD 分别为 0.66%, 0.74%。

3.5 回收率试验: 称取葛根素对照品适量,按处方



1-葛根素 2-3-甲氧基葛根素
图 1 样品 HPLC 图

分离良好。见图 1

量加入 0.9% 氯化钠注射液配制成 5, 30, 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 样品, 超声振荡 10 min, 使其溶解, 以下依法测定。结果表明, 氯化钠注射液对测定无干扰, 葛根素回收率为 99.82%, RSD 为 0.62% ($n=15$)。

3.6 最低检测限: 信噪比为 3:1 时, 葛根素的最低检测限为 0.02 μg

3.7 干扰试验: 对照品中除加入氯化钠注射液外, 再加入相当于主药量 80% 的 3-甲氧基葛根素,

用本法测定该药回收率, 结果证明, 3-甲氧基葛根素对测定无干扰, 该药回收率 (99.90 \pm 0.83)%。

3.8 样品测定: 按本文方法测定 3 批葛根素氯化钠注射液含量, 结果为 99.14%, 99.12%, 99.57% ($n=3$)

4 讨论

本实验曾采用流动相为甲醇-水 (30:70) 进行样品含量的测定, 但 3-甲氧基葛根素与葛根素主峰分离不好, 两峰出现重叠现象。后改用乙醇-水 (15:85), 虽然两峰分离良好, 但出现了保留时间的推延现象, 这主要是由于氯化钠注射液对主峰的影响

- 参考文献:
- [1] 金行中. 葛根素对大鼠离体工作心脏冠状动脉结扎后再灌注损伤的保护作用 [J]. 第一军医大学学报, 1989, 7(2): 106-111.
 - [2] 姜秀莲, 徐理纳. 葛根素对小鼠实验性微循环障碍的改善作用 [J]. 药学学报, 1989, 24(4): 251-254.
 - [3] 中国药典. 2000年版二部. (S)附录 V D.

茵陈挥发油毛细管气相色谱指纹分类

杭太俊, 张正行, 相秉仁, 安登魁

(中国药科大学 药物分析室, 江苏 南京 210009)

摘要: 目的 茵陈挥发油毛细管气相色谱指纹谱分类鉴别。方法 以样本指纹谱之间的离差平方和及典型成分的含量为指标进行系统聚类分析。结果 茵陈挥发油毛细管气相色谱指纹谱系统聚类分析法既保留了样本完整的特征数据又准确地进行了分类识别。结论 中药挥发油毛细管气相色谱指纹谱可不经压缩而准确地进行分类识别, 便于引用及再现。

关键词: 茵陈; 挥发油; 气相色谱指纹谱; 聚类分析

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2001)09-0796-03

Cluster analysis of essential oils of root of *Herba Artemisiae Scopariae* by CGC finger-prints

HANG Tai-jun, ZHANG Zheng-xing, XIANG Bing-ren, AN Deng-kui

(Department of Pharmaceutical Analysis, China Pharmaceutical University, Nanjing Jiangsu 210009, China)

Key words *Herba Artemisiae Scopariae*; essential oil; CGC finger-prints; clustering analysis

为确保用药安全有效, 在中药研究中原料药材的质量分析控制和保障一直受到特别关注。近年来利用各种色谱和光谱特征进行中药分类识别和鉴定的应用研究得到了长足的发展。毛细管气相色谱用于含挥发性成分中药的鉴别, 因其既反映了中药的特征化学成分, 又具有较高的分离效能和重现性, 且快速简便, 为良好的中药鉴定手段。

中药挥发性成分毛细管气相色谱分析结果中常

常包含大量的特征成分数据。在样本数相对较小的情况下, 欲利用色谱成分数据进行中药的模式分类识别和鉴定, 一般均必须对原始数据进行适当的压缩变换及特征成分的选择, 然后才进行分类识别运算^[1-3]。在对同种对象不同样本的数据分类分析过程中, 通常采用的数据压缩变换方式均要舍去样本间共有的低变异成分, 其中甚至包括典型成分, 而选择那些能突现差异的代表成分^[4]。但是, 经过压缩变