

HPLC法测定脑康泰颗粒中天麻素的含量

马涵涛*

(洛阳医学高等专科学校附属医院,河南 洛阳 471003)

脑康泰颗粒是我院开发的中药制剂,由天麻、川芎等组成,具有平肝降逆、镇惊安神、活血通窍等功效,主治脑外伤后遗症。天麻为方中主药,天麻素为其主要活性成分。本实验采用 HPLC测定了该制剂中天麻素的含量,获得满意效果,为该制剂的质量控制提供了快速准确的方法

1 仪器与材料

日本岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪, SPD-10A 紫外检测器, C-R6A 型处理机。天麻素对照品(中国药品生物制品检定所),脑康泰颗粒(本院制剂室提供,批号 991208 991210 991215);甲醇为色谱纯,水为重蒸去离子水,其余试剂均为分析纯

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: Shim-pack CLC-ODS(150 mm×6.0 mm),流动相: 甲醇-磷酸盐溶液(0.1 mol/L NaH_2PO_4 溶液和 0.1 mol/L Na_2HPO_4 溶液等量混合)-水(3:7:98),检测波长 270 nm^[1],柱温: 40℃,流速: 0.8 mL/min

2.2 溶液的制备: 取天麻素对照品约 25 mg,精密称量置 50 mL 量瓶中,加甲醇溶液并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液备用。精密称取脑康泰颗粒 10 g,置 50 mL 具塞三角瓶中,加入甲醇超声提取 2 次各 20 min,合并提取液,经 0.45 μm 微孔滤膜滤过,滤液作为样品溶液。按处方比例及生产制备方法,自制不含天麻药材的阴性样品,按样品溶液的制备方法制备阴性空白对照溶液

2.3 线性关系考察: 精密吸取对照品溶液(浓度 0.5 mg/mL) 1, 3, 5, 7, 9, 11 μL 注入 HPLC 仪,进行检测。以对照品量 X 为横坐标,峰面积 Y 为纵坐标,进行回归分析,得线性回归方程: $Y = 819.05X + 43.51$, $r = 0.9999$,结果表明,天麻素进样量在 0.5~5.5 μg,峰面积与进样量有良好的线性关系

2.4 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 10 μL,重复进样 5 次,天麻素峰面积的 $RSD = 0.92\%$ 。

2.5 稳定性试验: 精密吸取同一份供试品溶液 10 μL,分别在 0, 1, 2, 4, 6, 8 h 进样测定,结果天麻素峰面积基本不变, $RSD = 0.98\%$ 。

2.6 重复性试验: 取同一批样品(批号: 991208) 5 份,分别按样品测定法测定,结果天麻素峰面积 $RSD = 1.25\%$ 。

2.7 空白试验: 取阴性空白对照溶液,依法测定,结果在天麻素峰相应的保留时间无干扰

2.8 加样回收率试验: 精密称取已知天麻素含量的脑康泰颗粒 10 g,分别添加天麻素对照品,按样品制备及含量测定的方法进行,结果平均回收率 99.76%, $RSD = 2.16\%$ ($n = 6$)。

2.9 样品含量测定: 取 3 个批号样品,分别按样品溶液的制备方法处理。分别精密吸取对照品溶液与样品溶液各 10 μL,注入 HPLC 仪,测定,外标法计算含量,结果见表 1

表 1 脑康泰颗粒中天麻素的含量 ($n = 3$)

批号	天麻素含量 (mg/g)	$RSD(\%)$
991208	1.7248	0.7
991210	1.6529	0.5
991215	1.7116	0.5

3 讨论

3.1 经比较甲醇-0.3%冰醋酸(8:92)等流动相^[2]的分离效果,本实验所采用的流动相分离效果好,保留时间适宜

3.2 分别对样品进行了甲醇索氏回流提取,甲醇超声处理等探索,结果以甲醇超声处理作为提取方法为佳

3.3 经多批样品中天麻素的含量测定表明,该方法快速简便,结果准确,灵敏度高,重现性好,可作为该制剂的质量控制

参考文献:

[1] 中国药典[S]. 2000年版.一部.

[2] 张永林,鲍燕燕,凌云,等. HPLC法测定头痛安冲剂中天麻素的含量[J]. 中草药, 2001, 32(7): 612-613.

* 收稿日期: 2001-11-26

作者简介: 马涵涛(1969-),男,河南洛阳人,主管药师,主要从事中药药剂工作。 Tel: 0379-4830211 E-mail: lyhmt@sina.com