

HPLC 法测定五灵胶囊中腺苷

吴 敏

(杭州市中医院 浙江 杭州 310007)

五灵胶囊由灵芝、五味子组成,具有补肾,益气,安神之功效。其中灵芝为君药,腺苷是灵芝中主要活性成分。为控制本品质量,本实验采用 HPLC 法测定该制剂中腺苷的量。

1 仪器与试剂

HP1100 系列高效液相色谱仪,包括 1311A 四元泵,1313 自动进样器,1316A 柱温箱,1314 紫外可见检测器,1315B DAD 检测器;Agilent 化学工作站。

乙腈为色谱纯,甲醇、磷酸二氢钾为分析纯,重蒸蒸馏水。腺苷对照品(批号 879-200001)由中国药品生物制品检定所提供,五灵胶囊样品由浙江大德药业集团有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 检测波长的确定:腺苷对照品溶液在紫外分光光度计上测定紫外光谱图,结果显示腺苷在 260 nm 波长处有最大吸收峰,故选择 260 nm 为测定波长。

2.2 色谱条件:色谱柱: C_{18} 柱(250 mm×4.6 mm,5 μ m);流动相:乙腈-0.04 mol/L 磷酸二氢钾溶液(5:95);体积流量:1.0 mL/min;柱温:30 $^{\circ}$ C;检测波长:260 nm。

2.3 溶液的制备

2.3.1 对照品溶液的配制:精密称取用五氧化二磷为干燥剂减压干燥 24 h 的腺苷对照品适量,加 15% 甲醇制成 1.158 5 mg/mL 对照品储备溶液,并将此溶液稀释 10 倍(15.85 μ g/mL),作为对照品溶液。

2.3.2 供试品溶液的制备:取五灵胶囊 20 粒,倾出内容物,研磨成细粉,精密称取细粉约 0.67 g 于三角瓶,加入 15% 甲醇 25 mL,称定质量,超声处理 30 min,冷却后再称质量,用 15% 甲醇补足质量,用 0.45 μ m 微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.4 空白干扰试验:制备缺乏灵芝的阴性对照,按供试品溶液的制备方法制得阴性对照溶液,进样测定。结果阴性对照对腺苷的测定无干扰。

2.5 线性关系考察:精密吸取 15.85 μ g/mL 腺苷对照品溶液 4、8、10、12、16、20 μ L,注入液相色谱仪,测定峰面积。以峰面积积分为纵坐标,腺苷进

样量为横坐标作回归方程,得 $Y = 3.247 5 X - 3.720 9$, $r = 1.000 0$ 。表明腺苷进样量在 63.4~317 ng 与峰面积具有良好的线性关系。

2.6 精密度试验:精密吸取 15.85 μ g/mL 腺苷对照品溶液,重复进样 5 次,每次 10 μ L,测定峰面积,结果其 RSD 为 0.22%。

2.7 稳定性试验:取供试品溶液,每隔 2 h 进样 1 次,测定腺苷峰面积,结果其 RSD 为 0.62% ($n=9$),表明供试品溶液至少在 16 h 内稳定。

2.8 重现性试验:取同一批(批号 010401)样品 6 份,分别精密称定,制备供试品溶液,进样测定,计算腺苷的质量分数,结果该批样品中腺苷的平均质量分数为 0.630 mg/g, RSD 为 0.59%。

2.9 回收率试验:采用加样回收法。取样品(批号 010401)6 份,每份约 0.3 g,精密加入腺苷对照品 0.160 7 mg,制备供试品溶液,进样测定,计算,结果平均回收率为 101.45%, RSD 为 1.44%。

2.10 样品的测定:取 10 批五灵胶囊,制备供试品溶液,进样测定,结果见表 1。根据测定数据折算,将样品中腺苷的量限度暂定为不得少于 0.06 mg/粒。

表 1 五灵胶囊中腺苷的测定结果

Table 1 Determination of adenosine in Wuling Capsula

批号	腺苷/(mg·粒 ⁻¹)	批号	腺苷/(mg·粒 ⁻¹)
010201	0.10	010401	0.17
010202	0.18	010402	0.14
010301	0.15	010403	0.14
010302	0.11	010404	0.12
010303	0.09	010405	0.11

3 讨论

本实验对供试品溶液的制备方法进行了比较。比较了水、15% 甲醇、50% 甲醇作为提取溶媒,结果采用 15% 甲醇作为提取溶媒效果最好。考察了超声处理 30、45、60 min,结果所得溶液中的腺苷的量相似,故选择超声提取时间为 30 min。

本实验采用 HPLC 法测定,专属性强,能快速、准确地测定五灵胶囊中腺苷的量,可作为该品的质量控制标准。

HPLC法测定五灵胶囊中腺苷

作者: [吴敏](#)
作者单位: [杭州市中医院, 浙江, 杭州, 310007](#)
刊名: [中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2007, 38 (6)
被引用次数: 3次

引证文献(3条)

1. [陈在敏](#) [HPLC法测定珍珠灵芝胶囊中腺苷的含量](#)[期刊论文]-[海峡药学](#) 2008(12)
2. [徐颖](#), [王斌](#) [高效液相色谱法测定灵芝饮片中腺苷](#)[期刊论文]-[中草药](#) 2010(12)
3. [王二丽](#), [何荣和](#) [HPLC法测定中药灵芝中腺苷的含量](#)[期刊论文]-[海峡药学](#) 2009(3)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200706028.aspx