

HPLC 测定康尔肤胶囊中葛根素的含量

李雪晴, 文爱东*

(第四军医大学西京医院药剂科, 西安 710032)

[摘要] 目的: 采用 HPLC 对方剂中主要成分葛根素进行含量测定。方法: 采用高效液相色谱法, 以 Kromasil C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 为分析柱, 流动相甲醇-水 (27:73), 流速 1 mL·min⁻¹, 检测波长 250 nm, 柱温室温。结果: 葛根素回归方程 $Y = 93\ 128X + 92\ 301$ ($r = 0.999\ 5, n = 6$), 葛根素在 0.06 ~ 0.18 μg 线性关系良好; 方法的平均回收率为 100.53%, 精密度 RSD 1.41%。结论: 该方法操作简便、快速、准确、灵敏, 适用于康尔肤胶囊的质量控制。

[关键词] 康尔肤胶囊; 葛根素; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)08-0137-03

HPLC Determination of Puerarin in Kangerfu Capsule

LI Xue-qing, WEN Ai-dong*

(The Fourth Military Medical University Xijing Pharmacy Department, Xian 710032, China)

[Abstract] **Objective:** HPLC method prescribed in the main component of puerarin content. **Method:** HPLC to Kromasil C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column for the analysis of the mobile phase was methanol-water (27:73), flow rate 1 mL·min⁻¹, detection wavelength 250 nm, **Result:** puerarin regression equation $Y = 93\ 128X +$

[收稿日期] 20100802(004)

[第一作者] 李雪晴, 药师, 硕士, 从事药品质量标准的研究制定与提高工作, Tel: 029-84775475-8402, E-mail: lixue369369@126.com

[通讯作者] *文爱东, 主任药师, 硕士, 从事新药研发及新药临床实验管理工作, Tel: 029-84775475-8401, E-mail: wad@fumm.com.cn

6 结论

应用固相微萃取-气质谱联用技术对杏香兔耳风挥发性成分进行分析, 共鉴定出 14 个组分, 相对含量占总挥发油总峰面积 59.92%, 烯、酸、醇、苷、菊环、酯、酮、稠和多环等物质为其主要成分。其中 (3-乙基-8-甲基-S-三唑[4,3-a] 吡嗪) 含量最高, 其次为石竹烯。

[参考文献]

- [1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草. 第 21 卷 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 6682.
- [2] 邢春秀, 谢宁, 杨念云, 等. 杏香兔耳风的化学成分 [J]. 江苏药学与临床研究, 2006, 14(2): 107.
- [3] 邢春秀, 谢宁, 杨念云, 等. 可香兔耳风的化学成分

[J]. 江苏药学与临床研究, 2006, 14(2): 39.

- [4] 刘波, 谢亮亮, 王英锋. 杏香兔耳风化学成分研究 [J]. 首都师范大学学报: 自然科学版, 2007, 28(6): 36, 41.
- [5] 张锐, 曾宪仪, 张正行. 杏香兔耳风的化学成分研究 (II) [J]. 中草药, 2006, 37(3): 347.
- [6] 吴彩霞, 邢煜君, 曹乃峰, 等. 宜昌胡颓子挥发性成分的 HS-SPME-GC/MS 研究 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(10): 53.
- [7] 孙慧玲, 张倩, 李东, 等. 固相微萃取/气相色谱法分析锦鸡儿茎挥发性成分 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(10): 63.
- [8] 唐小江, 黄华容, 方铁铮, 等. 毛大丁草根止咳化痰活性成分的研究 [J]. 中国中药杂志, 2003, 28(5): 425.

[责任编辑 蔡仲德]

92 301 ($r=0.9995$, $n=6$), the scope of puerarin 0.06-0.18 μg a good linear relationship. The average recovery was 100.53%, RSD 1.41% precision. **Conclusion:** The method is simple, rapid, accurate, sensitive and suitable for quality control of Kanger skin.

[Key words] Kangerfu Capsul; puerarin; HPLC

康尔肤胶囊由西洋参、红景天、葛根、薏苡仁、山药 5 味中药组成,是由传统中药汤剂改变剂型制得的临床治疗黄褐斑为主的皮肤病症药物。本品润肤祛斑、养颜抗皱、安神健脾、调节内分泌、增强免疫功能,葛根素为该药的主药葛根的主要成分。本实验参考了文献[1-8]采用 HPLC 对方中主要成分葛根素进行含量测定,为康尔肤胶囊的质量标准提供了依据。

1 材料

葛根素对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110752-200912);水为双蒸水,液相中的甲醇为色谱纯,其余试剂为分析纯。康尔肤胶囊(第四军医大学西京医院药品制剂科(批号 070406,070504,071001,071102,080203,080605))。

2 方法

2.1 色谱条件 色谱分离柱 Kromasil C_{18} (4.6 mm \times 250 mm, 5 μm);流动相 甲醇-水 (27:73),流速 1 mL \cdot min⁻¹,检测波长 250 nm,柱温室温,理论塔板数按葛根素峰计算不低于 3 000。

2.2 对照品溶液的制备 对照品溶液的制备 精密称取葛根素对照品适量,用少量甲醇溶解后,以流动相稀释定容成每 1 mL 含 15 μg 的对照品溶液,闭光保存。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 20 粒胶囊内容物,研细,精密称取 0.5 g,置 50 mL 量瓶中,加 25% 甲醇约 45 mL,超声波振荡提取 30 min,放冷,加 25% 甲醇至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。

2.4 阴性样品溶液的制备 精密称取阴性样品胶囊内容物 0.5 g,照供试品溶液的制备方法制备。

2.5 标准曲线的绘制 精密吸取对照品溶液 4,6,8,10,12 μL ,在上述色谱条件下分别进样,测定峰面积,以峰面积积分值(A)为纵坐标,以进样量(μg)为横坐标进行线性回归,计算葛根素回归方程 $Y = 93\,128X + 92\,301$ ($r = 0.9995$, $n = 6$),葛根素在 0.06~0.18 μg 线性关系良好。

2.6 精密度试验 精密量取对照品溶液,重复进样

6 次,每次 10 μL ,测定峰面积,结果 RSD 1.06% ($n=6$),表明精密度良好。

2.7 阴性对照试验 分别将对照品溶液,阴性对照品溶液和样品溶液 10 μL 注入高效液相色谱仪,在 250 nm 处测定吸收峰面积,其对照品、阴性溶液及供试品的 HPLC 图谱见图 1。

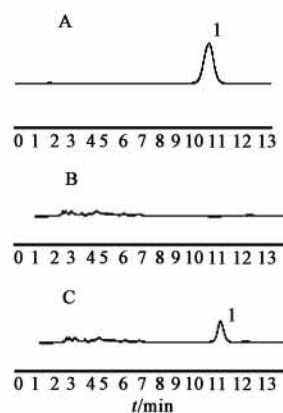


图 1 康尔肤胶囊 HPLC

A. 对照品;B. 阴性;C. 供试品;1. 葛根素

2.8 稳定性试验 取同一供试品溶液分别在配制后 0,2,4,8,10,12 h 各进样 10 μL ,记录色谱图。计算 RSD 0.83% ($n=6$),说明该供试品溶液在 12 h 内保持稳定。

2.9 重复性试验 按上述测定方法,对同一批(批号 071001)照样品测试方法测定 5 次,结果 RSD 1.05%,结果表明本测定方法重复性良好。

2.10 加样回收试验 取已知含量的样品(批号为 071001) 0.25 g,共 6 份,平均含量 0.051 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$,分别加入精密称定的葛根素对照品适量置 50 mL 量瓶中,加 25% 甲醇约 45 mL,超声波振荡提取 40 min,放冷,加 25% 甲醇至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液。在相同色谱条件下,进样 10 μL 测定峰面积,计算回收率,见表 1。

2.11 样品含量测定 精密称取 6 批康尔肤胶囊样品 0.5 g,置 50 mL 量瓶中,加 25% 甲醇约 45 mL,超声波振荡提取 40 min,放冷,加 25% 甲醇置刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。在相同色谱条件下各进样 10 μL 测定峰面积,计算

表1 康尔肤中葛根素回收率测定($n=6$)

No.	样品中 含量/mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.050 6	0.05	0.100 3	99.4		
2	0.050 6	0.05	0.100 5	99.8		
3	0.050 5	0.05	0.101 4	101.8	100.53	1.41
4	0.050 7	0.05	0.101 2	101.0		
5	0.050 5	0.05	0.100 1	99.2		
6	0.050 8	0.05	0.099 7	97.8		

含量,结果见表2。

表2 康尔肤样品含量测定($n=6$)

批号	含量/(mg/粒)	RSD/%
070806	0.025 3	
070904	0.024 9	
071003	0.024 6	
071102	0.025 1	0.89
080201	0.024 0	
08001	0.023 7	

3 讨论

本试验建立了 HPLC 测定康尔肤胶囊中葛根素,在提取条件考察过程中,我们先后考察了多种溶剂和提取手段对本品的提取效果,反复实验证明采用 25% 甲醇超声 40 min 提取样品中的葛根素效果较好。在以 25% 甲醇为流动相的反相色谱柱上,样品中的葛根素能够和其他杂质很好地分离。

在样品测定中,胶囊剂在超声波仪上超声助溶

后,放置室温定容冷却后,最好立即过滤,以更好的除去胶囊中的杂质。

方法评价结果表明本法线性范围宽、回收率高、重复性均良好。该法测定康尔肤胶囊中葛根素,具有提取完全、操作简单快速。准确度和精密度均较好等优点,是一种简便有效的检测葛根素含量的方法。应用此法测得 3 批样品结果表明,该方法可用于该制剂的质量控制。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2005:233.
- [2] 姜峰,赵燕禹,姜梅兰,等.功率超声在中药提取过程中的应用[J].化工进展,2007,26(7):944.
- [3] 邓韵,毕小玲,张千元,等.超声辅助提取中草药有效成分的动力学研究[J].广东化工,2007,34(6):28.
- [4] 陈曼,史键,王骊丽,等.反相高效液相色谱法测定康肾颗粒中的葛根素[J].色谱,2006,24(5):489.
- [5] 吴波,张寒俊,黎维勇,等.高效液相色谱荧光光谱法测定葛根中的葛根素[J].中国医院药学杂志,2005,25(6):534.
- [6] 杨亚玲,胡秋芬,杨国荣,等.微柱高效液相色谱法测定葛根中的几种黄酮类成分[J].分析科学学报,2005,21(4):465.
- [7] 叶春朝,武达,王玮,等.脑得生片中葛根素的含量测定[J].黑龙江医药,2005,18(3):159.
- [8] 沙东旭,段瑞,陈越,等.高效液相色谱法测定感冒软胶囊中葛根素的含量[J].中医药学刊,2005,23(6):1117.

[责任编辑 蔡仲德]