

# 高效液相色谱法测定抗眩晕颗粒中泽泻醇 B 乙酸酯的含量

刘勇\*, 乔晓莉, 王洪志, 李婉晴, 樊华  
(天津市南开医院, 天津 300100)

**[摘要]** 目的:测定抗眩晕颗粒中泽泻醇 B 乙酸酯的含量。方法:以 AGT C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm)为固定相,乙腈-水(85:15)为流动相,检测波长 208 nm。结果:线性范围为 0.28 ~ 3.50 g · L<sup>-1</sup>,  $r = 0.999 2$ , 回收率为 99.37%, RSD 为 1.38%。结论:该方法用于测定抗眩晕颗粒中泽泻醇 B 乙酸酯的含量具有操作简便、结果准确、灵敏的特点,可用于该制剂的质量控制。

**[关键词]** 高效液相色谱法;泽泻醇 B 乙酸酯;抗眩晕颗粒

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2010)14-0078-02

抗眩晕颗粒主要由泽泻、川芎、益母草等组成,具有化痰利水,平肝熄风,活血通络的功效,主要用于治疗痰浊中阻及肝阳上亢之眩晕,主治梅尼埃氏病。为了有效控制该制剂质量,采用 RP-HPLC 法,测定方中君药泽泻的主要成分泽泻醇 B 乙酸酯的含量,建立了可靠准确、专属性强的质量控制方法。

## 1 材料

LC-10A 型高效液相色谱仪,岛津 SPD-10A 紫外检测器, AUTO SCIENCE AT-330 柱温箱, AGT C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); RE-52 型旋转蒸发器(天津第一玻璃厂);试剂均为色谱纯,水为娃哈哈饮用纯净水。泽泻醇 B 乙酸酯对照品(中国药品生物制品检定所);抗眩晕颗粒(批号 20090218, 20090708)。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** AGT C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);流动相乙腈-水(85:15);检测波长 208 nm;流速 1.0 mL · min<sup>-1</sup>;柱温 25 °C;进样量 20 μL。

### 2.2 样品的制备

**2.2.1 对照品溶液的制备** 精密称取泽泻醇 B 乙酸酯对照品适量,加甲醇制成 70 g · L<sup>-1</sup> 的对照品溶液,见图 1。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 取抗眩晕颗粒适量,研细,精密称取 1.5 g 于圆底烧瓶中,加甲醇 20 mL 超

声(功率 120 W,频率 40 kHz)1 h,过滤至 25 mL 量瓶中,加甲醇定容至刻度,微孔滤膜滤过,即得供试品溶液,见图 1。

**2.2.3 阴性样品溶液的制备** 按处方取除泽泻的各味药材,煎煮,制成阴性样品颗粒,按 2.2.2 项下方法,制得阴性样品溶液,见图 1。

**2.3 标准曲线的制备** 精密吸取一定量对照品溶液,用甲醇稀释并定容,得到 0.28, 0.70, 1.40, 2.10, 2.80, 3.50 g · L<sup>-1</sup> 的对照品溶液的系列溶液。将上述溶液按 2.1 项下色谱条件进行测定,以泽泻醇 B 乙酸酯峰面积值(Y)对其相应浓度(X)做线性回归,得到泽泻醇 B 乙酸酯的回归方程:  $Y = 1.62 \times 10^4 X + 1.78 \times 10^3$ ,  $r = 0.999 2$ , 表明泽泻醇 B 乙酸酯在 0.28 ~ 3.50 g · L<sup>-1</sup> 线性关系良好。

**2.4 精密密度试验** 取同一浓度泽泻醇 B 乙酸酯对照品溶液(2.80 g · L<sup>-1</sup>),按 2.1 项下色谱条件连续进样 5 次,测定峰面积值,其相对标准偏差 RSD 为 1.31%。

**2.5 重复性试验** 取同一批样品,精密称取 5 份,按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下色谱条件进行测定,其相对标准偏差 RSD 为 1.60%,表明本法重复性良好。

**2.6 稳定性试验** 取同一供试品溶液,分别于 0, 2, 4, 6, 8 h 按 2.1 项下色谱条件进行测定,其相对标准偏差 RSD 为 1.77%,表明样品在 8 h 内稳定性良好。

**2.7 回收率试验** 精密称取泽泻醇 B 乙酸酯对照品适量,加入已测泽泻醇 B 乙酸酯含量的抗眩晕提取液中,按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1

**[收稿日期]** 2010-01-29

**[基金项目]** 天津市卫生局中西医结合课题(07018)

**[通讯作者]** \* 刘勇,主管中药师,研究方向中药制剂工艺及质量控制, Tel:022-23540116, E-mail: down9669@yahoo.com.cn

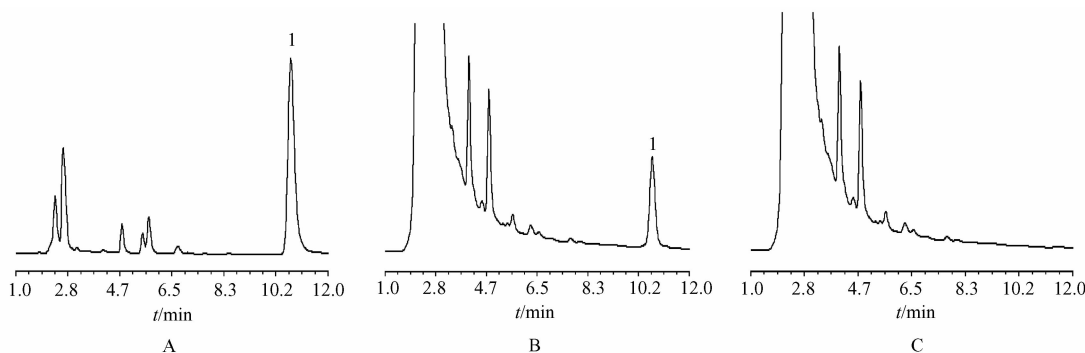


图 1 泽泻醇 B 乙酸酯 HPLC 色谱

A. 对照品; B. 样品; C. 阴性对照; 1. 泽泻醇 B 乙酸酯

项下色谱条件进行测定, 计算回收率, 见表 1。

表 1 泽泻醇 B 乙酸酯回收率试验

样品含量 / $\mu\text{g}$	对照品 加入量/ $\mu\text{g}$	测得量 / $\mu\text{g}$	回收率 /%	平均 回收率/%	RSD/%
14.061	14.000	27.883	99.37		
14.057	14.000	28.031	99.91		
14.058	14.000	27.579	98.29	99.70	1.20
14.055	14.000	28.496	101.57		
14.063	14.000	27.882	99.36		

**2.8 样品测定** 按上述方法, 测定二批抗眩晕颗粒中泽泻醇 B 乙酸酯的含量分别为 28.078, 28.068  $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

### 3 讨论

供试品制备过程中, 考察了乙醇回流提取及超声提取方法, 实验结果表明, 超声方法提取完全, 样品中泽泻醇 B 乙酸酯含量较高。

本实验根据文献报道的流动相<sup>[1-2]</sup>乙腈-水(70:30)以及乙腈-水(65:35), 进行调整, 最终确定流动相为乙腈-水(85:15)时, 峰形良好并可达到完全分离且保留时间较短。结果证明, 方法重复性好, 操作简便, 可用于抗眩晕颗粒中泽泻醇 B 乙酸酯的含量测定, 为该制剂质量标准的制定提供了参考依据。

### [参考文献]

- [1] 段启, 龚千峰, 王少军, 等. 中药饮片泽泻的炮制工艺和质量标准研究[J]. 陕西中医学院学报, 2004, 27(3): 51.
- [2] 文红梅, 彭国平, 池玉梅, 等. 泽泻药材的质量标准研究 I—泽泻中 2 种泽泻醇的 HPLC 测定法[J]. 中国临床药理学杂志, 1998, 18(6): 375.

[责任编辑 顾雪竹]