

复方天麻胶囊定性定量方法的研究

兰燕宇, 李勇军, 何 迅, 王爱民, 王永林*
(贵阳医学院, 贵州 贵阳 550004)

[摘要] 目的: 建立复方天麻胶囊的定性定量方法。方法: 采用薄层色谱法鉴别制剂中的五味子和麦冬, 采用高效液相色谱法测定天麻中天麻素的含量。结果: 在薄层色谱中五味子和麦冬能得到很好的鉴别; 天麻素在(0.121~ 1.93) μg 线性关系良好, 平均回收率为 99.2%, RSD 为 2.0% ($n=9$)。结论: 该方法准确、简便、重复性好, 可用于复方天麻胶囊的质量控制。

[关键词] 复方天麻胶囊; 薄层色谱; 高效液相色谱法; 天麻素

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)05-0028-03

Study on Qualitative and Quantitative Methods of Fufangtianma Capsule

LAN Yan-yu, LI Yong-jun, HE Xun, WANG Ai-min, WANG Yong-lin*
(School of Pharmacy, Guiyang Medical College, Guiyang 550004, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the methods of qualitative and quantitative for Fufangtianma Capsule. **Methods:** Fructus Schisandrae Chinensis, Radix Ophiopogonis were identified by TLC, and the content of Gastrodin in the preparation was determined by HPLC. **Results:** Fructus Schisandrae Chinensis, Radix Ophiopogonis could be identified well by TLC. The regression curve of gastrodin showed a good linear relationship in the range of (0.121~ 1.93) μg . The average recovery was 99.2%, RSD was 2.0%. **Conclusion:** The method is accurate, simple and has good repeatability. It can be used for quality control of Fufangtianma capsule.

[Key words] Fufangtianma Capsule; TLC; HPLC; gastrodin

复方天麻胶囊由天麻、五味子、麦冬 3 味药组成, 用于失眠健忘, 神经衰弱, 以及高血压引起的昏昏头痛^[1]。为了提高药品质量, 笔者对其生产工艺和质量标准进行了研究, 将其制备成胶囊剂, 完善提高了该药的质量标准, 增加了五味子、麦冬的薄层色

谱鉴别和天麻素的含量测定。该方法准确、简便、重复性好, 可用于该制剂的质量控制。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪系统(岛津 LC-10Avp), 包含 2 台 LC-10ATvp 泵, SPD-10Avp 检测器, 7725i 手动进样阀; WML 色谱工作站(广西威玛龙色谱科技公司); REPROSTAR3 薄层色谱成像系统(瑞士)。复方天麻胶囊(贵阳医学院药物研究开发中心提供, 批号:

[收稿日期] 2007-09-17

[通讯作者] * 王永林, Tel: (0851) 6908899

050512, 050515, 050520); 天麻素对照品(批号: 0807-9903), 五味子甲素对照品(批号: 0764-20006)、五味子乙素对照品(批号: 0765-200104)、麦冬对照药材(批号: 1013-9903)均购至中国药品生物制品鉴定所; 乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层鉴别

2.1.1 五味子 取本品 2 g, 加氯仿 30 mL, 加热回流 2 h, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氯仿 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。再取缺五味子药材的阴性样品, 同法制得阴性对照溶液。另取五味子甲素和五味子乙素对照品加氯仿制成每 1 mL 各含 0.5 mg 的溶液, 作为对照品溶液。分别吸取上述 3 种溶液各 5 μ L, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以石油醚(60~90) °C-醋酸乙酯-冰醋酸(8: 1.5: 0.1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254 nm) 下检视。供试品溶液色谱中, 在与对照溶液色谱相应的位置上显相同颜色的斑点, 阴性对照溶液无干扰(图 1)。

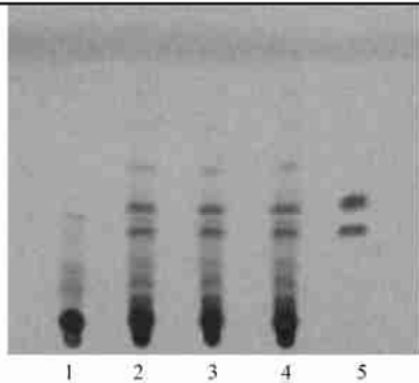


图 1 五味子的薄层色谱图

1. 阴性对照溶液 2~4. 供试品溶液
5. 对照品溶液

2.1.2 麦冬 取本品内容物 1 g, 加 70% 乙醇 30 mL, 加热回流 1 h, 放冷, 滤过, 滤液蒸至近干, 残渣加水 20 mL 温热使溶解, 加盐酸 3 mL 加热回流 1 h, 放冷, 用氯仿提取 2 次, 每次 15 mL, 合并氯仿液, 加无水硫酸钠适量, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2 mL 使溶解, 作为供试品溶液。再取缺麦冬药材的阴性样品, 同法制得阴性对照溶液。另取麦冬对照药材 0.5 g, 同法制得对照药材溶液。分别吸取上述 3 种溶液各 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-丙酮(8: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 磷钼酸乙醇溶液, 于 105 °C 加热至斑点显色清晰, 置日光下检视。供试品溶液色谱中, 在与对照药材溶液色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 阴性对照溶

液无干扰(图 2)。

2.2 含量测定

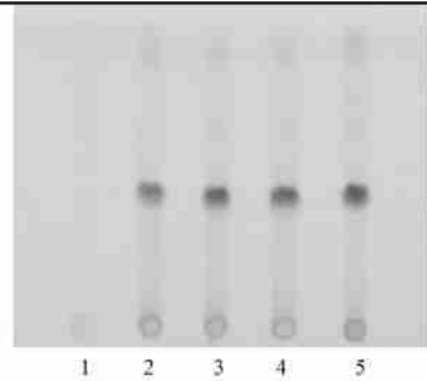


图 2 麦冬的薄层色谱图

1. 阴性对照溶液 2~4. 供试品溶液
5. 对照药材溶液

2.2.1 色谱条件 色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸(1.5: 98.5); 流速: 1 mL · min⁻¹; 检测波长: 220 nm; 温度: 30 °C, 进样量 10 μ L; 理论塔板数以天麻素峰计算应不低于 5 000。

2.2.2 供试品溶液制备 取本品装量差异项下的内容物, 混匀, 取约 0.4 g, 精密称定, 置具塞三角烧瓶中, 精密加 10% 甲醇 50 mL, 称定重量, 超声处理(功率 250 W, 频率 23~29 KHz) 20 min, 冷却, 称定重量, 用 10% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 用滤膜(0.45 μ m) 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.3 对照品溶液制备 精密称取经五氧化二磷干燥的天麻素适量, 加 10% 甲醇制成每 1 mL 含 0.03 mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.2.4 空白试验 精密称取不含天麻药材的空白对照样品, 按 2.2.2 项方法制备空白对照溶液, 分别吸取空白对照溶液、供试品溶液制备和对照品溶液制备 10 μ L 注入液相色谱仪, 结果在本试验条件下天麻素与及其他组分峰分离完全, 阴性对照品溶液无干扰, 色谱图见图 3。

2.2.5 线性关系考察 精密吸取天麻素对照品的 10% 甲醇溶液(0.241 4 mg · mL⁻¹) 0.5, 1, 2, 4, 8 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加 10% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取 10 μ L, 注入液相色谱仪, 记录峰面积, 分别以对照品进样量(μ g) 为横坐标(X), 峰面积积分值为纵坐标(Y), 绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 2.48 \times 10^6 X + 5.61 \times 10^3$, $r = 0.999 9$ ($n = 5$)。结果表明, 天麻素进样量在(0.121~1.93) μ g 范围内与峰面积有良好的线性关系。

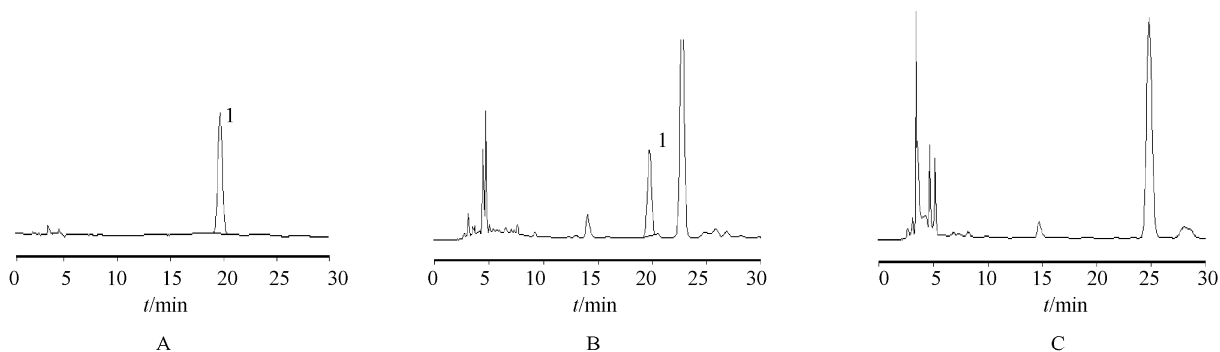


图 3 高效液相色谱图

A. 对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 阴性对照溶液; 1. 天麻素

2.2.6 精密度试验 取同一供试品溶液, 重复进样 5 次, 每次 10 μ L, 测定峰面积。结果的 RSD = 0.85%, 表明精密度良好。

2.2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液, 分别于配制后 0, 1, 2, 4, 8 h 进样 10 μ L, 测定峰面积。结果 RSD= 1.67%, 表明供试品溶液在 8 h 内稳定。

2.2.8 重复性试验 取同一批号样品, 按 2.2.2 项方法制备 5 份供试液, 分别进样, 测定峰面积, 计算天麻素含量。结果 RSD= 1.47%, 表明重复性良好。

2.2.9 加样回收率试验 称取已测定含量的制剂 (含量 0.276 8%) 9 份, 精密加入天麻素对照品, 按供

2.2.2 项方法制备供试液, 分别进样, 测定含量, 计算回收率, 结果见表 1。

2.2.10 样品测定 取 3 批供试品, 分别按 2.2.2 项下方法制备供试液, 按上述色谱条件测定并计算含量。结果批号为 050512, 050515, 050520 的 3 批样品中天麻素的含量分别为 1.15, 1.11, 1.17 mg/粒。

3 讨论

在制剂中天麻素的提取方法上, 考察了不同溶剂、不同提取方法对天麻素含量测定的影响, 结果表明以 10% 甲醇为提取溶剂超声提取效果较好, 该方法简便、准确、重复性好。

参考有关文献^[2], 天麻素的色谱条件采用了甲醇-1% 冰醋酸、乙腈-0.1% 磷酸、甲醇-0.1% 磷酸为流动相进行测定, 结果乙腈-0.1% 磷酸溶剂系统能使天麻素和其他成分基线完全分离, 峰形对称, 效果最好。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准[S]. 第十二册, 北京: 人民卫生出版社, 1992. 144.
[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005. 39.

表 1 天麻素加样回收试验结果

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.562	0.282	0.850	102.13		
0.574	0.282	0.849	98.23		
0.556	0.282	0.837	99.65		
0.558	0.565	1.110	97.70		
0.571	0.565	1.127	98.41	99.2	2.0
0.579	0.565	1.158	102.48		
0.554	0.847	1.377	97.17		
0.566	0.847	1.390	97.40		
0.569	0.847	1.409	99.17		