

安眠补脑糖浆中 2, 3, 5, 4-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷的含量测定

刘 珍*, 陈 萍, 杨连芳
(陕西省中医药研究院, 陕西 西安 710003)

[摘要] 目的: 建立安眠补脑糖浆中 2, 3, 5, 4-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷的含量测定方法。方法: HPLC 法, 流动相: 乙睛-水 (21: 79); 检测波长: 320 nm。结果: 2, 3, 5, 4-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷的线性范围为 (25.70~ 179.90) μg, 平均回收率为 97.5%, RSD 为 1.6%。结论: 方法简便可靠, 可有效地控制安眠补脑糖浆的质量。

[关键词] 安眠补脑糖浆; 2, 3, 5, 4-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷; 高效液相色谱法
[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)09-0010-02

Determination of 2, 3, 5, 4-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside in Anmian Bunao Tangjiang by HPLC

LIU Zhen*, CHEN Ping, YANG Lianfang
(Academy of Traditional Chinese Medicine of Shanxi Province, Xian 710003, China)

[Abstract] **Objective:** To set up a method for determining 2, 3, 5, 4-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside in Anmian Bunao Tangjiang. **Methods:** HPLC, mobile phase: acetonitrile-water (21: 79), detection wavelength: 320 nm. **Results:** Linearity of 2, 3, 5, 4-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside was obtained in the range of (25.70~ 179.90) μg. The average recovery and RSD were 97.5% and 1.8%. **Conclusion:** The method was available for quality control of Anmian Bunao Tangjiang.

[Key words] Anmian Bunao Tangjiang; 2, 3, 5, 4-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside; HPLC

安眠补脑糖浆是由制首乌、红参、五味子、麦冬等10味中药组成的复方制剂,具有益气养血,滋阴益肝,养心安神的功效。用于神经官能症或其他慢性疾病所引起的失眠、头昏、头痛心慌等症。制何首乌为方中君药,为蓼科植物何首乌 *Polygonum multiflorum* Thumb 的块根炮制品,该药具有补肝肾、益精血、壮筋骨、乌须发之功效^[1];主含2,3,5,4-四羟基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷(二苯乙炔苷)。本文采用高效液相色谱法,建立了制剂中二苯乙炔苷的含量测定方法。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪 Waters600pump; 紫外检测器: 色谱柱 Kromasil C₁₈ (5 μm, 250 mm × 4.6 mm。TEDIA); 对照品: 2,3,5,4-四羟基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷由中国药品生物鉴定所提供,批号: 0844-200003(供含量测定用),其他试剂均为分析纯。

2 色谱条件确定

2.1 色谱条件 十八烷基键合硅胶柱; 流动相: 乙睛-水(21:79); 检测波长: 320 nm; 柱温: 室温; 流速: 1 ml/min。此条件下二苯乙炔苷和其它成分可达到基线分离,理论塔板数按二苯乙炔苷计算为2 966。

2.2 光谱扫描及检测波长的确定 取二苯乙炔苷对照品溶液,在(190~400) nm 范围内扫描,结果在320 nm 的波长处有最大吸收,故选择320 nm 为检测波长。

3 方法与结果

3.1 供试品溶液的制备 精密吸取供试品5 ml,精密加入稀乙醇25 ml,称定重量,超声处理20 min,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。

3.2 线性关系考察 精密吸取二苯乙炔苷对照品溶液(0.257 mg·mL⁻¹) 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0 mL 加稀乙醇定溶于10 mL 的量瓶中,均进样10 μL,按上述色谱条件测定峰面积。以峰面积为纵坐标,以进样量为横坐标进行线性回归,绘制标准曲线,得一通过原点的直线,回归方程为: $Y = 72\ 777.5X + 9\ 394.5$, $R = 0.999\ 9$ 。表明二苯乙炔苷在(25.70~179.90) μg 之间与峰面积呈良好的线性关系,因此,采用外标一点法进行计算。

3.3 进样精密度试验 精密吸取对照品溶液(77.10 μg·mL⁻¹)及供试品溶液各10 μL,重复进样5次,按上述色谱条件测定各峰面积,峰面积积分值

RSD 分别为0.3%和1.1% ($n = 5$)。

3.4 稳定性试验 精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10 μL,分别于0, 1, 4, 8, 12, 24 h,按上述色谱条件测定峰面积积分值,峰面积积分值RSD均小于1.5%,表明对照品及供试品溶液在24 h内稳定。

3.5 重复性试验 取批号为030603的样品5份,按正文方法进行测定,含量测定峰面积积分值RSD小于1.0%。

3.6 干扰试验 取制首乌空白样品适量,如正文供试品溶液制备方法制备空白对照溶液,按上述色谱条件进样10 μL,结果空白对照在二苯乙炔苷峰位置无任何干扰。

3.7 回收率试验 采用加样回收法,精密称取已知含量的样品6份,分别精密加入二苯乙炔苷对照品,按供试品溶液的制备方法制样、依法测定,计算回收率,结果见表1。

表1 加样回收率试验结果

样品中量 (μg·mL ⁻¹)	对照品加入量 (μg·mL ⁻¹)	测得量 (μg·mL ⁻¹)	回收率 (%)	平均值回 收率(%)	RSD (%)
39.516	42.833	81.658	98.4		
39.516	42.833	82.170	99.6		
39.516	42.833	80.227	95.2	97.5	1.6
32.930	34.267	66.454	97.8		
32.930	65.941	34.267	96.3		
32.930	34.267	66.475	97.9		

3.8 样品测定 按上述条件测定不同生产批号的3批样品,计算样品的含量,结果分别为0.399, 0.387, 0.404 mg·mL⁻¹。

4 讨论

参考《中国药典》何首乌及制何首乌项下方法及色谱条件^[1,2],选择以二苯乙炔苷为指标成分,采用乙睛-水系统,筛选了以乙睛-水(25:75)、乙睛-水(5:15)、乙睛-水(21:79)为流动相,结果后者分离效果更好,因此选定乙睛-水(21:79)为溶剂系统。

实验考察了同1批样品超声处理20, 30, 40 min 3个不同实验条件下的含量测定结果,表明随着超声时间的延长,含量测定结果无显著性差异,故确定超声时间为20 min。

[参考文献]

[1] 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. 122-123.
[2] 孙文基, 谢世昌, 孙曾培, 等. 天然药物成分定量分析[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2002. 477-478.