

HPLC 法测定神昌丸中 β -细辛醚的含量

柯雪红, 方永奇

(广州中医药大学第一附属医院实验中心, 广东 广州 510405)

摘要: 目的: 测定神昌丸中 β -细辛醚的含量。方法: 色谱条件: Hypersil Division ODS C_{18} 分析柱(150mm \times 4.6mm, 5 μ m), 流动相为甲醇-水(6:4), 1000ml 中加入磷酸二氢钾 1.4g, 十二烷基磺酸钠 1.2g, 检测波长 257nm, 流速 1.0ml/min 室温操作。结果: β -细辛醚平均回收率为 99.02% ($RSD=1.62\%$)。结论: 方法快速准确, 样品处理简便易行。

关键词: 神昌丸; β -细辛醚; HPLC

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** B **文章编号:** 1005-9903(2004)04-0015-02

“神昌丸”具有开窍醒脑, 宁神益智功效, 临床用于治疗急性期中风、脑功能损害。主要由石菖蒲挥发油组成, 含有 β -细辛醚、 α -细辛醚、 γ -细辛醚、甲基丁香酚等 30 多种成分^[1], 其主要活性成分为 β -细辛醚, 故选择 β -细辛醚进行定量分析。结果表明该法操作简便, 结果准确, 重复性好, 可作为该药品的控制指标。

1 仪器与药品

1.1 仪器 美国惠普公司 HP1050 高效液相色谱

仪; 美国惠普公司 6010 型紫外-可见分光光度计; 瑞士梅特勒公司 AE-200 型电子分析天平。

1.2 药品 β -细辛醚对照品, 自制(采用面积归一化法测定, 其含量为 99.32%); 神昌丸(本院制剂); 甲醇为一级色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Hypersil Division ODS C_{18} 分析柱(150mm \times 4.6mm, 5 μ m), 流动相: 甲醇-水(6:4), 1000ml 中加入磷酸二氢钾 1.4g、十二烷基磺酸钠 1.2g, 检测波长 257nm, 流速 1.0ml/min, 室温操作。

2.2 供试品溶液的制备: 称取本品约 0.5g, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加甲醇适量溶解后, 用甲醇稀

收稿日期: 2003-01-08

基金项目: 广东省中医药管理局课题(101071)

释至刻度,精密吸取 0.1ml 溶液,置 5ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,备用。

2.3 线性关系的考察:准确配制每 1ml 含 β -细辛醚 20.35 μ g 甲醇对照溶液,精密吸取 2.4.6.8.10 μ l 依次进样,按上述条件测定,以进样量(X)和峰面积(Y)进行回归,求得回归方程为 $Y=2762.32X-9.40$ $r=0.9997$,表明 β -细辛醚在(0.0407~0.2035 μ g)之间,线性关系良好。

2.4 精密度试验 精密吸取上述对照品溶液 5 μ l,重复进样 5 次,对照品 β -细辛醚峰面积的平均值为 276.21, RSD 为 0.58%。

2.5 稳定性试验 取供试品液分别在 0.5.1.3.6h 测定,结果表明在测定条件下,于 6h 内测定结果稳定, β -细辛醚峰面积响应值的 RSD 为 1.70%。

2.6 空白试验 取缺石菖蒲的群药,按工艺制备缺石菖蒲挥发油的阴性对照,依样品测定项下的方法测定,结果在含 β -细辛醚对照品吸收峰位置处无干扰,见图 1。

2.7 重复性试验 按样品测定法,对同一批样品依法测定 5 次, β -细辛醚 RSD 为 1.79%,表明该方法重复性好。

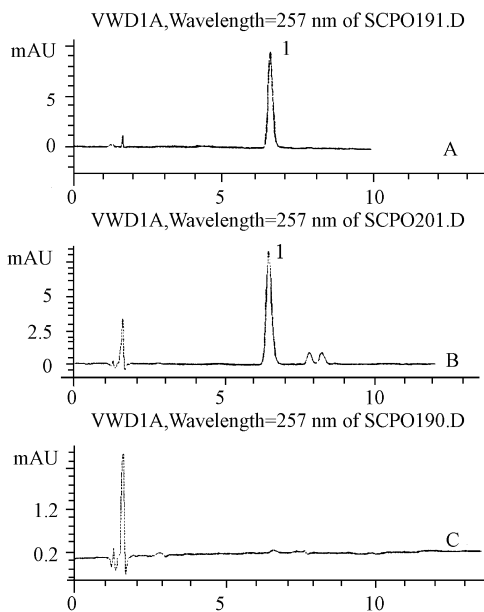


图 1 A β -细辛醚对照品 B 样品
C 阴性对照 1 β -细辛醚

表 1 β -细辛醚回收率测定结果

取样量 (g)	样品含量 (mg)	对照品加样量(mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
0.4955	24.23	20.35	44.79	101.03	
0.5100	24.94	20.35	44.96	98.38	99.02
0.5113	25.00	20.35	44.94	97.99	$RSD=1.62\%$
0.4974	24.32	20.35	44.75	100.39	
0.5166	25.26	20.35	45.06	97.30	

表 2 神昌丸的测定结果

批号	β -细辛醚 (%)	RSD (%)
20020325	5.13	1.91
20020327	4.79	2.03
20020328	4.89	1.38

2.8 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品 5 份,分别加入已知浓度的 β -细辛醚对照品溶液,按样品条件测定,计算回收率,测定结果见表 1。

2.9 样品的测定 分别取对照品溶液 5 μ l、样品溶液 15 μ l 注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定,色谱图见图 1,三批样品 β -细辛醚含量结果见表 2。

3 讨论

β -细辛醚的甲醇溶液经紫外扫描确定在 257nm 处有最大吸收,故选择 UV257nm 为检测波长。

在测定不同批次的神昌丸样品中,发现三批样品 β -细辛醚含量有一定差异,可能与药材来源、工艺控制有关,其原因有待进一步探讨。本文采用 HPLC 法测定神昌丸中 β -细辛醚的含量,方法快速准确,样品处理简便易行,可用于该制剂的质量控制。

流动相为甲醇-水(6:4)加入一定量离子对(十二烷基磺酸钠)、无机盐(磷酸二氢钾)使 β -细辛醚 R 值增加,得到较理想分离效果。

参考文献:

[1] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997. 172.