

• 基层园地 •

HPLC 法测定祛风胜湿颗粒中升麻苷的含量

李庆辉

(电子部四〇二医院, 北京 100039)

祛风胜湿颗粒是由防风、苦参、甘草等制备而成的新药制剂, 具有祛风、胜湿之功效。防风具有祛风解表、胜湿止痛、解痉的功能, 其有效成分为升麻苷, 为有效地控制本品的质量, 本文应用 HPLC 法测定了防风中升麻苷的含量。

1 仪器和试剂

岛津 LC-10A VP 高效液相色谱仪。升麻苷对照品由中国药品生物制品检定所提供。乙腈为色谱级试剂, 其他试剂均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱: Discription C₁₈ 4.6 × 250mm 5μm; 流动相: 乙腈-水 (17: 83); 流速: 0.8ml/min; 检测波长: 254nm; 柱温: 40℃。

3 方法与结果

3.1 供试品溶液的制备 取本品装量差异项下的颗粒, 研细, 取 1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 40 min, 取出, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 用微孔滤膜 (0.45μm) 滤过, 取续滤液, 作为供试品溶液。

3.2 空白试验 按处方药味的比例, 自配不含防风的群药, 按其工艺制成空白制剂, 再按供试品溶液制备方法制成空白溶液。在上述色谱条件下分析, 结果空白溶液在与升麻苷对照品相同保留时间处未显色谱峰, 故认为无干扰。

3.3 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 (0.756mg/ml) 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0ml, 置 10ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 按上述色谱条件, 分别精密吸取 10μl 注入液相色谱仪测定峰面积, 以对照品进样量为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 计算得回归方程: $y = 2055135.6x - 12617.3$ $r = 1.000$ 。

3.4 稳定性试验 取同一供试品溶液 (批号

20011008), 分别于配制后 0.2、4、8、24 h, 依法测定, 结果表明, 供试品溶液在 24 h 内基本稳定。

3.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液 (0.035mg/ml) 10μl, 重复进样 5 次, 升麻苷峰面积的相对标准偏差为 0.83%。

3.6 重复性试验 按正文方法, 对同一批号 (20011008) 样品 5 份, 进行测定。

3.7 回收率试验 采用加样回收法, 精密称取已知含量的同一批号本品 0.5g (批号 20011008, 含量 9.75mg/袋), 分别精密加入升麻苷对照品溶液 (0.26mg/ml) 各 2ml, 按正文供试品溶液的制备方法制备及上述色谱条件, 测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

序号	称样量 (g)	制剂中升麻苷量 (mg)	添加升麻苷的量 (mg)	测出升麻苷含量 (mg)	回收率 %	平均回收率 %	RSD %
1	0.4873	0.5939	0.5200	1.1028	97.86		
2	0.4822	0.5877	0.5200	1.1273	103.77		
3	0.5074	0.6184	0.5200	1.1493	102.09	100.50	3.10
4	0.4912	0.5986	0.5200	1.1006	96.54		
5	0.5015	0.6112	0.5200	1.1428	102.24		

3.8 样品测定结果 按正文收载的方法, 测定 5 批样品, 计算含量, 结果升麻苷含量 (mg/袋) 分别为: 8.72、8.78、8.37、2.64、3.79。依据上述测定结果, 考虑到防风药材升麻苷含量差异较大, 暂定本品每袋含防风以升麻苷 (C₃₇H₅₄O₁₁) 计, 不得少于 2.0mg。

4 讨论

通过实验比较, 选用乙腈-水 (17: 83) 为流动相, 在此条件下, 升麻苷与其他组分均能达到基线分离。

比较超声 40min 和加热回流 2hr 两种提取方法, 回流 2hr 升麻苷的含量偏低, 可能加热导致了部分升麻苷的破坏, 故选用了超声 40min 的提取方式。

比较超声处理 20、40、60min 升麻苷的含量测定结果, 超声 20min 偏低, 超声 40、60min 结果相近, 故选择超声提取时间为 40min。