

高效液相色谱法测定乌龙降脂茶中葛根素的含量

缪锡灼¹, 冯 春²

(1 福建康源医药有限公司, 福州 350005; 2 福建闽东力捷迅药业有限公司, 柘荣 355300)

摘要:目的: 探讨乌龙降脂茶中葛根素的含量测定。方法: 采用 HPLC 进行测定。结果: 峰面积与浓度线性关系良好, $r = 0.9999$, 平均回收率为 94.73%, RSD 为 1.13%。结论: 方法简便快速, 重现性好, 可用于本制剂的质量控制。

关键词: 乌龙降脂茶; 葛根素; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.2 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2002)06-0010-02

乌龙降脂茶是由葛根、制何首乌、决明子、泽泻、茜草、桑寄生及乌龙茶等组成的中成药, 具有滋阴养肾, 升清降浊, 化痰通脉, 醒脑解毒之功效, 用于高血脂症, 对高血压、冠心病也有一定疗效。葛根是本制剂的主要药材, 其有效成分葛根素测定方法主要有

薄层扫描法^[1,2], 高效液相色谱法^[3,5]等方法, 本文用高效液相色谱法对方中葛根素进行了含量测定, 结果表明本法简便快速, 重现性好, 可用于本制剂的质量控制。

1 仪器与试剂

1.1 材料 Integral-4000 型高效液相色谱仪(美国 Perkin-Elmer 公司); 葛根素对照品[中国药品生物制

收稿日期: 2002-07-15

品检定所, 纯度大于 98% (归一化法)]; 乌龙降脂茶 (泉州中侨制药有限公司, 批号: 20010904, 20010905, 20010906, 20010907, 20010908); 甲醇为色谱纯, 其余均为分析纯。

1.2 色谱条件 色谱柱: Novapak C₁₈ (250 × 4.6mm, 10μm) (大连依利特公司装填); 流动相: 甲醇-0.03% 磷酸溶液 (25: 75); 柱温: 室温; 检测波长: 250nm; 流速: 1ml/min。理论板数按葛根素峰计算不得低于 4000。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取在 105℃干燥至恒重葛根素对照品 10.98mg, 置 50ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取 2ml, 置 10ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.2 供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 精密称取 2.5g, 加石油醚 (60~90℃) 30ml, 回流 15min, 冷却, 滤过, 滤渣再加石油醚 (60~90℃) 30ml, 回流 15min, 冷却, 滤过。残渣挥干石油醚, 加甲醇 30ml, 置水浴上回流 30min, 冷却, 补足失重量, 滤过, 取续滤液 15ml, 加甲醇定容至 25ml, 摇匀, 即得。

2.3 测定法 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

2.4 线性关系考察 精取葛根素对照品溶液 (0.2196mg/ml) 0.5ml, 1.0ml, 2.0ml, 4.0ml 及 8.0ml, 置 1.0ml 量瓶中, 加甲醇稀至刻度, 摇匀。制成浓度分别为 0.01098mg/ml, 0.02196mg/ml, 0.04392mg/ml, 0.08784mg/ml 及 0.17568mg/ml 的溶液。各取 10μl, 注入液相色谱仪中测定, 以峰面积为纵坐标, 相应的葛根素量为横坐标, 绘制标准曲线, 回归方程为 $Y = 1.9436 \times 10^7 \times X - 74057$, 相关系数: $r = 0.9999$; 线性范围: 0.1098μg~1.7568μg。

2.5 精密度考察 精密吸取葛根素对照品溶液 (0.04392mg/ml) 10μl, 注入液相色谱仪中, 测定峰面积。重复进样 5 次, 葛根素对照品峰面积的相对偏差 < 2%。

2.6 重现性试验 取批号 20010905 的样品, 平行测定 5 份, 其平均含量为 0.0888, 相对标准偏差 RSD 为 2.22% (< 5%)。

2.7 回收率试验 采取加样回收法, 精密称取已知含量的样品 (批号 20010905), 6 份, 分别精密加一定量葛根素对照品, 按“2.2”项制备供试品溶液, 用本文方法测定, 并计算回收率。结果见表 1。

表 1 回收率试验

编号	批号	取样量 (g)	已知葛根素量 (mg)	加入葛根素量 (mg)	测得葛根素量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	20010905	1.6027	1.4232	1.0980	2.4859	96.79	
2	20010905	1.6374	1.4540	1.0980	2.5108	96.25	
3	20010905	1.6117	1.4312	1.3176	2.7382	99.20	97.43
4	20010905	1.6847	1.4960	1.3176	2.7857	97.88	(RSD:
5	20010905	1.6533	1.4681	1.5372	2.9525	96.57	1.13%)
6	20010905	1.6203	1.4388	1.5372	2.9433	96.87	

2.8 样品测定 取乌龙降脂茶样品 5 批, 按“2.2”项制备供试品溶液, 用本文方法测定, 结果见表 2。

表 2 样品测定结果

批号	葛根素含量 (%)	n
20010904	0.0887	2
20010905	0.0888	5
20010906	0.0909	2
20010907	0.0881	2
20010908	0.0898	2

3 讨论

3.1 在上述色谱条件下葛根素与样品中其它成分达到良好分离。用二极管阵列检测器对乌龙降脂茶样品中与葛根素对照品色谱峰相对应的色谱峰 (保留时间约 15min) 进行波长扫描, 结果表明它们紫外光谱图与葛根素对照品紫外光谱图完全一致, 表明乌龙降脂茶样品中被测色谱峰即为葛根素。在上述色谱条件下, 理论板数葛根素计为 9595, 分离度为 1.7。

3.2 空白试验表明, 取各味药材 (缺葛根药材), 按乌龙降脂茶工艺制备空白样品, 并按以上方法操作, 在与对照品相应的保留时间处, 无色谱峰出现, 表明方中其他味药材不干挠葛根素的测定。

3.3 本实验确立的乌龙降脂茶中葛根素的 HPLC 测定方法, 该法分离效果好, 且简便快速, 重现性好, 可用于本制剂的质量控制。

参考文献:

[1] 杨云, 郑晓河, 王浴铭, 等. 通脉口服液质量控制方法的研究[J]. 中国中药杂志, 1998, 23(8): 480-482.

[2] 杨竞, 林跃, 苏灵. 感冒颗粒中葛根素含量测定[J]. 中国现代应用药学, 1998, 15(2): 22-24.

[3] 王永林, 陶玲, 周宣珠, 等. HPLC 测定心宁胶囊中葛根素的含量[J]. 中国药学杂志, 1999, 34(3): 187-189.

[4] 仲英, 唐文照, 杨尚军, 等. 愈风宁心冲剂质量标准研究[J]. 中成药, 1999, 21(6): 284-285.

[5] 中华人民共和国药典, 一部[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2000. 273.