

# 高效液相色谱法测定骨复康胶囊中血竭素的含量

张 斌<sup>1</sup>, 王丽娜<sup>2</sup>, 麻风华<sup>1</sup>, 郑伟然<sup>2</sup>, 李云涛<sup>2</sup>

(1. 黑龙江省药品检验所, 哈尔滨 150001; 2. 哈药集团世一堂制药厂, 哈尔滨 150088)

**摘要:** 目的: 研究骨复康胶囊中血竭素的含量。方法: 采用高效液相色谱法对方中主药血竭的有效成分血竭素含量进行测定。结果: 血竭素的含量在 0.0784~ 0.3922 $\mu\text{g}$  范围内呈良好的线性关系( $r = 0.9999$ ), 平均回收率 99.402%,  $RSD(\%)$  为 2.01% ( $n = 5$ )。结论: 本法灵敏、准确、重现性好、回收率高, 可作为该产品的含量测定方法。

**关键词:** 骨复康胶囊; 高效液相色谱法; 血竭素

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2003)03-0016-02

## The determination of Xue jie su was carried out by HPLC in Gufukang Capsules

ZHANG Bin<sup>1</sup>, WANG Li-na<sup>2</sup>, MA Feng-hua<sup>1</sup>, ZHENG Wei-ran<sup>2</sup>, LI Yun-tao<sup>2</sup>

(1. Heilongjiang Provincial Institute for Drug control, Harbin 150001;

2. Shiyitang pharmaceutical factory of harbin pharmaceutical group, Harbin 150088)

**Abstract:** Objective: To study the content of Xue jie Su in Gufukang Capsules. Methods: The determination of Xue jie su was carried out by HPLC in Gufukang Capsules. Results: The average content of Xue jie Su in Gufukang Capsules was 0.0765~ 0.3825 $\mu\text{g}$  ( $r = 0.9999$ ), the recovery was 99.402% and  $RSD$  was 2.01% ( $n = 5$ ). Conclusion: This method is

收稿日期: 2003-02-12

sensitive, specific and accurate with a good repeatability and can be used for the quality control of Gufukang Capsules.

**Key words:** Weifukang capsules; HPLC; Xue jie su

骨复康胶囊由血竭、木耳、牛膝、鹿衔草等药味组成,具有补肾健骨、活血化瘀、温经散寒、通经止痛的功能。用于骨刺、椎体骨质增生、股骨头坏死等症。我们采用高效液相色谱法测定处方中贵重药材血竭中血竭素的含量来控制该制剂的质量,经实验证明该方法操作简便,精密度较高。具有准确快速的特点,现将方法学研究概述如下:

### 1 仪器与试药 样品

HP-1100 高效液相色谱仪,惠普 DAD 检测器,惠普化学工作站。血竭素高氯酸盐( $C_{17}H_{14}O_3$ )对照品购自中国药品生物制品检定所,批号:811-9201。所用试剂均为市售分析纯。骨复康胶囊剂由研究所提供,批号:20000218 20000220 20000216。

### 2 实验条件

**2.1 色谱条件** 色谱柱:ZORBA  $\times$  SB-C<sub>18</sub> (4.6mm  $\times$  250mm);流动相:乙腈-0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液 (50:50);流速:0.8ml/min;柱温:40  $^{\circ}$ C;理论塔板数按血竭素高氯酸盐峰计不低于 4000。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取血竭素高氯酸盐对照品 4.5mg,置 25ml 棕色量瓶中,加 3% 磷酸甲醇溶液使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 5ml 棕色量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得(每 1ml 中含血竭素 26 $\mu$ g)(血竭素重量=血竭素高氯酸盐重量/1.377)。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品 10 粒的内容物,精密称定,研细,取 0.4g,精密称定,置 10ml 棕色量瓶中,精密加入 3% 磷酸中醇溶液 10ml,密塞,精密称定,超声 2min,放置至室温,用甲醇补足重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 1ml 置 5ml 棕色量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,取得。

**2.4 测定波长的确定** 取对照品溶液,测定紫外吸收光谱,在 440nm 处有最大吸收,故确定测定波长为 440nm。

### 3 试验结果

**3.1 阴性对照试验** 取不含血竭的本品模拟制剂制备阴性对照溶液,测定液相色谱并与供试液色谱比较,结果表明,阴性对照液对血竭素高氯酸盐的测定无干扰。

**3.2 对照品纯度检验** 取对照品按对照品溶液配制方法,配成浓度为 10mg/ml 的对照品溶液。试剂

及对照品溶液各进 20 $\mu$ l,计算,结果对照品含量为 98.67%。

**3.3 纯度关系考察**,精密吸取对照品溶液 3.5、7.9、11.13、15 $\mu$ l,分别注入液相色谱仪,测得积分值,计算,得回归方程为  $Y = 3.772 \times 10^{-4}A + 3.81 \times 10^{-3}$ ,  $r = 0.9999$ ,线性范围为 0.0784~ 0.3922  $\mu$ g。

**3.4 精密度试验**,取同一供试品溶液,精密吸取 5 $\mu$ l,注入液相色谱仪,连续测定 6 次,计算 RSD (%) 为 1.04%,说明精密度良好。

**3.5 稳定性试验**,取同一供试品溶液,精密吸取 5 $\mu$ l,分别在 0.2、4.6、8、10h 进样测定,计算结果 RSD (%) 为 1.0%,说明 10h 内稳定性良好。

**3.6 重现性试验**,按正文中含量测定方法,以同一批号样品 6 份,提取、测定、计算。结果 RSD (%) 为 2.67%,说明 10h 内稳定性良好。

**3.7 回收率试验**,取已知血竭素高氯酸盐含量的同批样品 0.2g,共 5 份,精密称定,加入血竭素高氯酸盐对照品一定量,按含量测定方法测定含量,计算结果 RSD (%) 为 2.01%,平均回收率为 99.402%。

**3.8 样品测定** 按上述方法测定三批样品,结果如下:

批号	20000328	20000329	20000330
含量(mg/粒)	0.71	0.90	0.48

### 4 讨论

**4.1** 三批样品测定结果含量差异较大,为保证制剂质量的稳定,原料血竭投料前应测定血竭素含量。

**4.2** HPLC 法测定血竭素的含量应注意色谱测定条件,保证柱温。

**4.3** 最早进口药材标准采用紫外吸收度法评价血竭质量等级,但该方法专属性差,不能用于复方制剂。故本文采用高效液相测定该复方制剂中血竭素的含量,具有专属性强、灵敏、准确、重现性好、回收率高等特点,可作为该复方制剂的含量测定方法。

### 参考文献:

[1] 中华人民共和国药典.一部[S].北京:化学工业出版社,2000.10.  
[2] 陈发奎.常用中草药有效成分含量测定[J].人民卫生出版社,1997.257.