

3.2 含量测定 在分离完成后,我们初试了原生药的分离测定,由于何首乌中大黄素和大黄酸含量高而其他成分含量低,进样量有限,无法同时测定7种成分,这也是目前在中药多成分同时分析中遇到的难点之一,我们拟进一步研究,解决含量差别大的中药成分的含量测定。

3.3 结果表明 毛细管电泳法作中药分析具有独特的优势,它分离效率高,选择性强,分离

模式多,可同时分析不同性质的化合物,且方法简便、快速、低耗,具有非常诱人的前景。

参考文献

- 1 林启寿. 中草药化学成分. 北京: 北京科技出版社, 1997. 200
- 2 纪松岗, 柴逸峰, 吴玉田等. 超临界流体萃取- 胶束电动毛细管色谱法分离测定大黄中蒽醌类组分的含量. 分析化学, 1998, 26(11): 1388

(收稿: 1999- 07- 21)

HPLC法测定通脉活血口服液中药葛根素含量

刘丽敏 李兰忠 张敬贤 (山东省济宁市药品检验所 济宁 272145)

摘要 目的: 测定通脉活血口服液中葛根素含量。方法: HPLC法, 色谱条件: CLC- ODS柱(150mm × 6mm, 5 μ m), 流动相: 5% 醋酸溶液- 甲醇(80: 20), 检测波长: 276nm。结果: 进样量在0.24~1.22 μ g范围内线性关系良好, $r = 0.9998$ 。平均回收率100.14%, $RSD = 1.1\%$ ($n = 6$)。结论: 方法简便、准确、灵敏度高, 可作为本品含量测定方法。

关键词 HPLC; 通脉活血口服液; 葛根素

1 仪器与试剂

1.1 仪器

日本岛津LC- 5A 高效液相色谱仪, 附SPD- 2AM 紫外检测器, CR- 3A 数据处理机, CTO- 2A 柱炉。

1.2 试剂 葛根素对照品由中国生物制品检定所提供, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: 日本岛津 ODS 柱(150mm × 6mm); 流动相: 5% 醋酸溶液- 甲醇(80: 20); 检测: 波长276nm; 柱温: 35 $^{\circ}$ C。

2.2 对照品溶液配制及标准曲线测试

2.2.1 对照品溶液配制 取葛根素对照品适量, 精密称定, 用甲醇溶解并稀释成每1ml含葛根素61.2 μ g的溶液作为对照品溶液。

2.2.2 标准曲线制备 精密吸取2.2.1方法配制的葛根素对照品溶液4、8、12、16、20 μ l分别注入液相色谱仪测定峰面积, 以峰面积为纵坐标(Y), 进样量为横坐标(X)绘制标准曲线, 得

回归方程为 $Y = 18383.1X - 188.6$, $r = 0.9998$, 表明葛根素在进样量0.24~1.22 μ g之间线性关系良好。

2.3 样品供试液的制备

精密量取样品溶液5ml, 置50ml容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 精密量取5ml, 置分液漏斗中, 加水10ml, 用水饱和的正丁醇50ml(15、15、10、10ml)分次萃取, 合并正丁醇液, 水浴蒸干, 残渣加甲醇溶解至25ml, 作为样品供试品溶液。

2.4 精密度试验

精密吸取同一供试品溶液10 μ l, 重复进样, 测得峰面积积分值的 $RSD = 1.30\%$ ($n = 6$)。

2.5 重复性试验

取同一批样品6份, 照样品液的制备方法分别提取测定, 测得峰面积积分值的 $RSD = 1.67\%$ ($n = 6$)。

2.6 回收率试验

精密量取已知含量的供试品溶液5ml, 置50ml容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 分别精密吸

取 5ml, 置分液漏斗中, 一份加入适量对照溶液, 另一份加入等量甲醇, 再照样品供试液制备方法制备。各进样 10 μ l, 测定结果见表 1。

表 1 葛根素回收率试验

序号	样品中葛根素含量 (mg)	加入量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)
1	0.982	0.452	1.432	99.80
2	1.008	0.452	1.463	100.30
3	1.732	0.765	2.468	98.33
4	1.742	0.765	2.525	101.03
5	1.671	0.675	2.343	99.82
6	1.683	0.675	2.384	101.54
平均回收率= 100.14%			RSD= 1.1%	

2.7 样品测定

精密吸取样品溶液 5ml, 照样品供试液制备方法项下制备, 依法测定, 计算样品中葛根素含量, 结果见表 2。

3 小结与讨论

3.1 通脉活血口服液是由葛根、川芎等多味中药材中经提取加工配制而成。本制剂具有解肌

退热、生津、活血行气、祛风止痛之功效。葛根为其主药之一, 其主要成分为葛根素, 故测定葛根素含量以控制口服液质量。

3.2 在样品溶液提取过程中, 采用水饱和的正丁醇溶液, 可使葛根素提取完全, 操作简便。在振摇提取时易产生乳化现象, 故加入 10ml 水以使其更好分层。

表 2 样品含量测定

批号	葛根素含量 (mg/ml)
980712	3.36
980713	3.02
980714	3.33

3.3 本试液采用高效液相色谱法, 本法能达到有效分离各组分的目的, 且空白试验证明在葛根素色谱峰处其他成分无干扰 (见图 1)。本方法具有灵敏度高、操作简便、分离效果好等优点, 可作为通脉活血口服液含量测定质量控制标准。

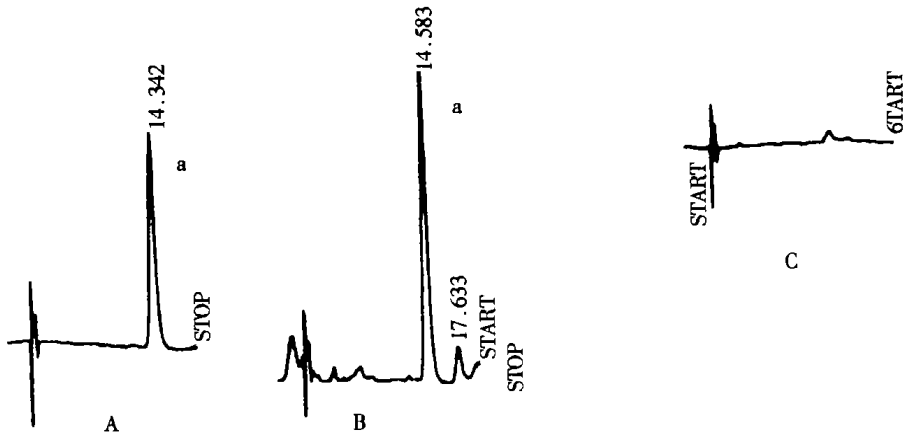


图 1 对照品、样品及空白色谱图

A 葛根素对照品 B 样品 C 空白
a 葛根素峰

参考文献

1 张小茜, 周富荣, 燕云等. 应用高效液相色谱法测定愈风宁心片及葛根中葛根素的含量. 中国中药杂志, 1995, 20 (8): 477

2 许保真, 夏华玲, 赵新杰等. HPLC 法测定葛根炮制品中葛根素的含量. 中国中药杂志, 1998, 23(12): 732

(收稿: 1999-04-19)