

● 方药研究 ●

明目地黄丸中梓醇的含量测定

陈静 唐荣

(广东省深圳市龙岗中心医院 深圳 518116)

摘要 :目的 :采用 HPLC 法测定明目地黄丸中梓醇的含量。方法 :采用高效液相色谱法测定梓醇的含量。结果 :该方法表明梓醇在 0.235~4.70ng 的含量范围内线性关系良好 $A=94153C+198.11$,相关系数 $r=0.9996$,加样回收率为 97.27%, $RSD=1.40\%$ 。结论 :用 HPLC 法测定明目地黄丸中的梓醇的含量 ,结果准确 ,方法可行。

关键词 :HPLC 法 ;梓醇 ;明目地黄丸 ;含量测定

中图分类号 :R 927.2

文献标识码 :B

文献编号 :1671-4040(2004)02 -0066-01

明目地黄丸是在六味地黄丸的基础上增加了 6 味药材,增强了地黄丸的补肝明目的功效。现采用 HPLC 法对明目地黄丸中梓醇的含量进行测定,以便对该品种的质量进行更好地控制。

1 仪器和试液

仪器:Aglient 1100 HPLC 测定仪,chem station for LC 色谱数据处理软件。试剂:甲醇、乙晴为色谱纯,水为注射用水,其他试剂均为分析纯。对照品:梓醇对照品(供含量测定用,中国药品生物制品检定所提供)。样品:明目地黄丸(江西国药有限责任公司生产)。

2 色谱条件

色谱柱为 C₁₈ 色谱柱 (Type Waters, 4.6×50mm),流动相为乙晴:甲醇:水 (6:3:150),检测波长为 210nm,流速为 0.8mL/min。

3 检测波长的确定

取梓醇对照品,用分光光度计在 200~400nm 测定其吸收曲线。发现其在 210nm 处有最大吸收,故选择 210nm 为检测波长。

4 实验方法

4.1 对照品溶液的制备 精密称取梓醇对照品 4.58mg,置 100mL 容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得(每 1mL 对照品溶液含梓醇 0.0458mg)。

4.2 供试品溶液的制备 称取明目地黄丸 12g,精密称定,置索氏提取器中加甲醇适量,提取 4h,取出,放冷,滤过,甲醇提取液低温回收甲醇至约 10mL,将甲醇提取液定量转移至 25mL 容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

4.3 阴性对照溶液的制备 按处方比例制备缺熟地黄阴性空白样品 12g,用供试品制备方法阴性对照溶液。

4.4 测定方法 分别精密吸取对照品溶液,供试品溶液,阴性对照品溶液各 20 μ L 注入液相色谱仪,测定,即得。阴性样品溶液在供试品梓醇的相应位置未出现干扰。

4.5 线性关系的考察 精密称取梓醇对照品溶液 (0.235mg/mL)1、5、9、13、17、20mL,置 20mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,得浓度为 0.01175、0.05875、0.1058、0.1528、0.1998、0.235mg/mL 的梓醇对照品溶液,分别吸取上述 6 种溶液各 20 μ L,注入液相色谱仪测定,以峰面积 A 为纵坐标,浓度 C 为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为 $A=94153C+198.11$,相关系数 $r=0.9996$ 。结果表明,梓醇在

0.235~4.70ng 的范围内线性关系良好。

4.6 重复性试验 取明目地黄丸 0304061 批样品,平行制备 6 份样品,按样品测定法测定,结果 0.1223mg/g, RSD 为 1.85%。

4.7 精密度试验 精密吸取同一梓醇对照品溶液 (0.0458mg/mL) 20 μ L,注入液相色谱仪中,连续测定 6 次,测定峰面积值, RSD 为 1.52%。

4.8 加样回收率试验 按加样回收率试验的要求,用 0304061 批样品制备供试品溶液,精密量取 4 份 5mL 供试品溶液,分别置 10mL 量瓶中,分别加入梓醇对照品溶液 (0.0458mg/mL) 置刻度,按样品测定方法,取未加对照品的供试品 5mL 置容量瓶中同法测定,取 5mL 的总含量为本底值 RSD 为 1.40%。详见表 1。

表 1 明目地黄丸中梓醇回收率实验结果

本底值/mg	加入量/mg	测定值/mg	回收率(%)	平均回收率(%)
0.2935	0.2290	0.5118	95.33	97.27
		0.5183	98.17	
		0.5164	97.34	
		0.5185	98.25	

4.9 样品测定 分别取上述 3 批样品,每个样品平行制备 5 个供试品,分别吸取对照品溶液和供试品溶液各 20 μ L 注入高效液相色谱仪中测定。详见表 2。

表 2 明目地黄丸含量测定结果 ($n=5$)

批号	测定平均值 /mg·g ⁻¹	RSD (%)
0304061	0.1223	1.23
0304062	0.1285	1.54
0304063	0.1321	1.39

5 讨论

5.1 由于地黄产地不同,含量差异较大,故如果用梓醇含量作为质量标准,则需考察其药材产地,和药材中梓醇的含量^[1-3]。

5.2 供试品的提取时间与长短与提取效果有一定的联系,在比较 2、4、6 3 种提取时间后,最终选择了 4h 的提取时间。

参考文献

[1]夏伦.HPLC 测定生地黄浓缩颗粒中梓醇的含量[J].安徽中医学院学报,1999,18(4): 51~52
[2]张玲,徐新刚,时延增.双波长薄层扫描法测定生地及熟地黄中梓醇的含量[J].药物分析杂志,1998,18(2): 123~124

(收稿日期:2003 - 12 - 18)