

降糖灵口服液中葛根素的含量测定

张玉杰 邵爱新 (北京中医药大学中药学院 100029)

降糖灵口服液是一种治疗糖尿病新药,由葛根、黄芪等 14 味药物组成。具有滋肾养阴、益气生津等功效。其中葛根为其主药,有效成分为葛根素。由于本品成分较为复杂,干

扰大,给定量工作带来一定困难。经采用聚酰胺柱层析净化后,用双波长薄层扫描法对葛根素进行含量测定。结果表明,本法操作步骤较为简单,可有效去除杂质,减少干扰,为本

品的质量控制提供了依据。

1 仪器与试剂

岛津 CS-9000 型双波长薄层扫描仪(带 FDU-3 电脑显示及 DR-B 数据处理机)。葛根素对照品:中国药品生物制品鉴定所提供。降糖灵口服液:北京泛宇医药保健有限公司提供。硅胶 G 薄层预制板:青岛海洋化工厂生产。丙酮、甲醇、氯仿、醋酸乙酯、二乙胺(用时重蒸)均为分析纯。

2 供试品溶液制备

精取样品 5ml, 过聚酰胺柱(60-80 目, 3g, $\phi=1\text{cm}$), 用蒸馏水洗至流出液近无色(约 15ml), 弃去水洗液, 继用丙酮洗脱, 收集丙酮洗脱液 35ml, 水浴挥干溶剂, 残渣用甲醇 1ml 定容, 即为供试品溶液。

3 对照品溶液制备

精密称取葛根素 1.08mg 于 1ml 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度、摇匀, 备用。

4 薄层层析及扫描条件

层析条件:硅胶 G 薄层预制板 105℃活化 30min 后置保干器中保存;展开剂:氯仿-甲醇-醋酸乙酯-水-二乙胺(13:14:20:5:1);紫外灯(254nm)下检查, 结果见图 1。

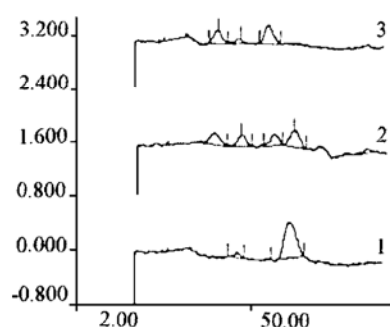


图 1 “降糖灵口服液”的薄层扫描图谱

1. 葛根素对照品 2. 供试品 3. 葛根空白对照

扫描条件:双波长反射法锯齿扫描, $\lambda_s=225\text{nm}$, $\lambda_R=370\text{nm}$, 狭缝 $0.4\text{mm} \times 0.4\text{mm}$, $SX=3$ 。

5 线性关系考察

精密吸取葛根素对照品溶液 2、4、6、8、10 μl , 点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述展开条件, 上行展开, 展距 10cm, 取出, 晾干, 于

紫外灯 254nm 下定位, 置薄层扫描仪中扫描测定。以对照品溶液点样量(μg)为横坐标, 峰面积积分值(A)为纵坐标作图, 得一直线, 回归方程为 $Y=40126.5x+48134.65$, $r=0.9997$, 表明葛根素在 4.32~12.96 μg 间呈良好线性关系。曲线不过原点, 故用外标二点法计算含量。

6 洗脱条件考察

精密吸取本品 5.0ml, 于 3g 聚酰胺柱上, 用蒸馏水洗至流出液近无色(约 15ml), 然后改用丙酮洗脱, 每 5ml 为一馏分, 共收集 10 个馏分, 分别在水浴上挥干溶剂, 残渣以 0.5ml 甲醇溶解, 分别吸取 10 μl , 点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述条件进行薄层检视。结果表明:葛根素大部分集中在第 3~4 馏分中, 至第 5 馏分时, 葛根素即已基本洗脱完全, 故确定收集丙酮洗脱量为 35ml。

7 重现性试验

取相同体积的葛根素对照品溶液点样, 测定同板和异板峰面积积分值分别为 68369.37($n=7$)和 65684.37($n=5$), RSD 为 0.43%和 4.91%。

8 稳定性试验

按上述方法操作, 对同一斑点, 每隔 15min 测定一次, 各斑点吸收峰面积在 2h 内基本稳定。

9 回收率测定

精密称取葛根素对照品适量, 用蒸馏水溶解(适当超声处理), 加入已知葛根素含量的样品液中, 依“供试品液制备”项下操作。制得的样品液同前点样、层析、测定。测定结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

样品溶液葛根素含量(μg)	加入葛根素对照品量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)
2.679	5.844	8.354	97.1
2.679	5.844	8.657	102.3
2.679	5.844	8.447	98.4
2.679	5.844	8.569	100.2
$\bar{x}=99.5$		$RSD=2.03\%$	

10 样品测定

精密吸取对照品溶液和供试品溶液 4~8 μ l, 及 10 μ l, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法测定, 3 批样品测定结果见表 2。

表 2

批号	含量(mg/ml)	平均含量(mg/ml)
1	0.0874, 0.0897	0.0885
2	0.0746, 0.0701	0.0723
3	0.0893, 0.0806	0.0849

11 讨论

降糖灵口服液组方较大, 成分复杂, 样品

通过聚酰胺柱可有效清除干扰成分。本法操作较为简单。因葛根素水溶性稍大, 因此, 样品过聚酰胺柱时, 水洗不可过量, 一般 15ml 左右, 即可除掉绝大部分糖类成分, 如果水洗过量, 易造成葛根素流失。

参考文献

- 1 康廷国. 中成药薄层色谱鉴别. 北京: 人民卫生出版社, 1995. 267

(收稿: 1996-12-03)