

固肾壮腰片中血竭素的含量测定

张 鹏¹ 肖洪彬¹ 闫雪莹¹ 王立强²

(¹ 黑龙江中医药大学 哈尔滨 150040; ² 解放军 211 医院 哈尔滨 150000)

固肾壮腰片是由血竭、三七、红花、黄芪等组成的中药片剂,是本课题组在临床验方的基础上将其开发成片剂,主要用于治疗腰椎间盘突出、腰肌损伤等引起的腰痛等。为提高质量,采用 HPLC 法测定了其中主要成分血竭中血竭素的含量^[1]。

1 仪器与材料

仪器:日本岛津 LC-10A 高效液相色谱仪。对照品:血竭素高氯酸盐,中国药品生物制品检定所提供。样品:固肾壮腰片,本室自制。

2 实验方法

2.1 供试品溶液制备 取本品约 4g,除去糖衣,研匀,精密称定,置具塞三角瓶,精密加氯仿 30ml,超声提取 15min,滤过,弃去初滤液,取续滤液 15ml,蒸干氯仿,残渣加甲醇溶解,并定量转移至 10ml 量瓶中,微孔滤膜过滤,弃去初滤液,取续滤液做为供试品溶液。

2.2 对照品溶液制备 取血竭素对照品,加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液做为对照品溶液。

2.3 HPLC 条件 色谱柱:CLK-ODS(4×150mm),流动相:乙腈-甲醇-0.1M 磷酸二氢钠(40:10:50),流速:1.0ml/min,检测波长:270nm,柱温:45℃,进样量:6μl。

2.4 线性关系考察 分别吸取对照品溶液 2、4、6、8、10μl 注入色谱仪中,以进样量为横坐标,积分面积为纵坐标,绘制工作曲线,回归方程为:

$$Y=20402.41x+1315.06 \quad r=0.9995$$

2.5 稳定性试验 对照品配制后,应避光保存,每隔一定时间,测定一次,测定稳定性。结果,配制后放置于棕色瓶中,24h 之内无变化, $\bar{x}=123729.52$, $RSD=1.71\%$, $n=8$ 。

2.6 精密度试验 取对照品多次进样,测定精密度,结果 $\bar{x}=126847.64$, $RSD=2.34\%$, $n=7$ 。

2.7 重现性试验 取同批样品 5 份,分别提取,测定含量,计算重现性,结果 $RSD=2.10\%$, $n=5$ 。

3 结果与考察

3.1 回收率考察 精密称取已知含量的本品约 2g,研匀后精密称定,加入一定量对照品,测定回收率,得出平均加样回收率为 101.44%, $n=5$, $RSD=1.73\%$ 。

3.2 样品测定 分别注入供试品溶液和对照品溶液 6、8μl,按外标两点法计算,测得含量,结果 5 批样品含量为 0.061、0.072、0.083、0.078、0.066mg/片。

4 讨论

血竭素对照品即使制成盐,也不稳定,很容易在色谱中出现双峰,所以用棕色瓶保存,供试品溶液应及时测定。

参考文献

- 1 鲁静. HPLC 方法测定血竭中血竭素的含量. 中国中药杂志,1991,16(10):615~616

(收稿:1998-11-09)