

海马补肾丸中异补骨脂素的含量测定

王文燕¹张汝诚²(¹天津药物研究院 天津 300193 ²天津市乐仁堂制药厂 天津 300193)

摘要 采用 HPLC 法测定了海马补肾丸中异补骨脂素的含量;结果表明本方法测量准确,重现性好,可用于该制剂的质量分析。

关键词 海马补肾丸 异补骨脂素 HPLC 法

海马补肾丸为天津市乐仁堂制药厂生产的名牌老字号中成药,具有补肾填精的作用,其组方复杂,原料药材味数多,其中,补骨脂为其主要原料之一,含有异补骨脂素。为了有效对该药进行质检、质控,本文以异补骨脂素含量为指标,建立了用 HPLC 法进行含量测定的方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 RANIN HPLC 色谱仪、RANIN DYNAMAX 紫外-可见检测器、SIL-6A 手动进样器。

1.2 试剂 异补骨脂素(对照品,北京生物制品鉴定所制)甲醇为色谱纯,其它试剂均为分析纯;水为去离子水,经微孔滤膜滤过后使用。

2 方法与结果

2.1 试验条件 色谱柱:以十八烷基键合硅胶为填料的不锈钢柱(5 μ m) 250mm \times 4.6mm;流动相:甲醇-水(55:45);检测波长:246nm;流速:0.5mL/min;纸速:0.25cm/min 0.1AUFS。在上述条件下,异补骨脂素能与其组分达到基线分离。

2.2 线性考察 准确称取异补骨脂素对照品一定量(1.34mg/50 μ L),加甲醇溶解并定容,准确吸取一定量稀释成一定浓度,试验结果见表 1。

表 1 线性考察

浓度	0.001072	0.00268	0.00536
μ L 数	5	10	10
μ g 数	0.00536	0.01072	0.0536
峰面积	8357	19274	97634

经计算: $r = 0.99992$

$y = 1842685.81x - 924.08$

试验结果表明本品在 0.00536~0.0536 μ g 范围内呈线性。

2.3 精密度试验 准确称取本品一定量(100mg),加甲醇超声溶解后,滤过,准确吸取续滤液 10 μ L 注入 HPLC 仪中,连续进样 5 次,分别记录峰面积,试验结果见表 2。

表 2 精密度试验

次数	1	2	3	4	5
峰面积	38354	37083	34971	36007	36669

经计算:平均峰面积=36616.8 RSD=3.4%

2.4 重现性试验 准确称取本品一定量(约 100mg) 5 份,分别加甲醇超声溶解后,滤过,准确吸取续滤液 10 μ L 注入 HPLC 仪中,分别记录峰面积,试验结果见表 3。

表 3 重现性试验

对照品浓度 0.00268mg/mL 峰面积 51389

称样量	0.1050	0.1120	0.1367	0.0968	0.1409
峰面积	24945	26091	33026	24138	34384
含量(mg/g)	0.3097	0.3037	0.3150	0.3251	0.3182

经计算:平均含量=0.31434 RSD=0.815%

2.5 回收率试验 准确称取本品一定量(约 50mg) 5 份,分别加甲醇一定量并吸加对照品溶液一定量(0.0268mg)超声溶解后,滤过,准确吸取续滤液 10 μ L 注入 HPLC 仪中,分别记录峰面积,试验结果见表 4。

表 4 回收率试验

对照品浓度 0.00268mg/mL 峰面积 61301

称样量	样品重	加标量	样+标 的量	测得标量	回收率 (%)
0.0533	0.01675	0.0268	0.04398	0.02723	101.6
0.0662	0.02081		0.04836	0.02755	102.80
0.0646	0.02030		0.04764	0.02734	102.01
0.0569	0.01788		0.04564	0.02776	103.58
0.0768	0.02414		0.05105	0.02691	100.41

经计算:本品的平均回收率为 102.08%

2.6 样品的含量测定

取本品 100 粒粉碎后,准确称取本品 100mg 于 25mL 量瓶中,加甲醇一定量,超声 30min 后,放冷至室温,再加甲醇至刻度,摇匀,滤过。准确吸取续滤液 10 μ L 注入 HPLC 仪中,色谱柱为 5 μ 的碳十八键合柱,以甲醇-水(55:45)为流动

相, 流速 0.4mL/min, 0.1AUFS, AT 为 2, 纸速为 0.25cm/min, 检测波长为 246nm, 以外标峰面积法进行测定, 测得本品每克含海马补肾丸异补骨脂素的 mg 量。试验结果见表 5。

3 讨论

3.1 海马补肾丸是传统老药, 建立有效成分质检质控方法, 对于中药现代化具有积极的意义。

3.2 海马补肾丸是大处方药, 原料药材很多, 相应的干扰也比较大。本文选用异补骨脂素作为含量测定的指标, 建立了 HPLC 测定法, 灵敏度高, 重现性好, 可用于该药的质检质控。

表 5 含量测定结果

对照品浓度 0.00268mg/mL 峰面积 64396

批号	1			2		
	称样量 g	峰面积	含量 (mg/g)	称样量 g	峰面积	含量 (mg/g)
960904	0.0943	23264	0.2567	0.1468	37087	0.2628
960415	0.1290	31342	0.2528	0.1064	26284	0.2570
961118	0.0819	37524	0.4767	0.1341	60474	0.4695
960603	0.1561	50014	0.3334	0.1344	42483	0.3289
970120	0.1262	28974	0.2389	0.1276	28652	0.2336
970121	0.1124	24069	0.2228	0.1093	23432	0.2230
970122	0.0943	32667	0.3604	0.1220	42419	0.3618
970523	0.1200	40525	0.3514	0.1485	51144	0.3583

The assay of isopsoralen in Haimabushenwan by HPLC

Wang Wenyan

(Tianjin Institute of Pharmaceutical Research Tianjin 300193)

Zhang Rucheng

(Tianjinshi Larentang Pharmaceutical Factory Tianjin 300193)

Abstract The quality of Isopsoralen have been determined by HPLC. The result show that this method was reliable and accurate, and it can be used to control the quality of this drug.

Key words Haimabushen wan Isopsoralen HPLC

(上接第 18 页)

得到: $\alpha_{Na} = \frac{34.626}{29.751} \alpha_{He-Ne}$

即将用 He - Ne 激光测得的旋光角乘以一个系数就得出 Na 黄线标定的旋光角。

4.3 旋光角与糖度的换算

根据波长为 632.9914nm 的 He - Ne 激光对应 200nm 液柱长度的标准糖液旋光角为 29.751 为定义旋光角 α 转换成糖度 Z 的关系式为:

$$Z = \frac{100 \times 200}{29.751} \cdot \frac{\alpha_{He-Ne}}{L}$$

式中 L 为被测样品的长度, 单位为 nm。

4.4 温度修正

在法拉第室中, 由于环境和线圈的温度变化, 引起 Verdet 常数的变化, 为此要对其进行温度修正, 修正按下列关系进行:

$$K_v = K_{v20}(1 + \delta_t)$$

其中 K_{v20} 为材料在 20℃ 下的 Verdet 常数, 测

出一些给定温度下的 $\delta_t = \frac{K_v}{K_{v20}} - 1$, 制表存入程序存储器中, 用查表方式得出相应温度下的 δ_t , 按上述公式的关系代入旋光角和糖度的计算过程中, 最后使测量结果得到了温度的修正。

5 结束语

该仪器采用较先进的电子检测系统并利用了单片机所具有的智能判别和计算功能, 使仪器对旋光度与糖度的换算、温度的修正、零位补偿等作到迅速准确的计算, 缩短了测量时间。基本实现了全糖范围的高精度自动测量。该仪器的样机已于 2001 年 4 月通过专家测试及用户试用, 受到专家和用户的好评。

Intelligent laser rotation saccharimeter

Gao Ying

(National Institute of Metrology Beijing 100013)

Abstract A new type of intelligent laser rotation saccharimeter is introduced in this paper. High accuracy measurement in the full range of saccharinity, especially the measurement of low saccharinity, is one of its outstanding features. It takes a leading position in China, and can substitute some of the imported products.

Key words Intelligent Laser Rotation Saccharinity