

高效液相色谱法测定金锁固精丸中山奈素的含量

★ 吴晓勇 温琰 (江西省赣州市食品药品检验所 赣州 341000)

关键词:高效液相色谱法;金锁固精丸;山奈素

中图分类号:TQ 460.7 文献标识码:B

金锁固精丸(浓缩丸)是由沙苑子、芡实、莲须、龙骨、牡蛎、莲子等药材为原料,经过提取有效成分制成丸剂。为进一步控制其质量,采用高效液相色谱法,对方中沙苑子、莲须、莲子的有效成分山奈素进行了含量测定,并进行了方法学考察,本法简便、准确、可靠。具体试验方法如下:

1 仪器与试剂

Waters1525 高效液相色谱仪(1525 泵,2487 紫外检测器),BS-110S 电子天平,BP-211D 电子天平;山奈素对照品(批号:110861-200304,中国药品生物制品检定所)、莲子对照药材(批号:121121-200302,中国药品生物制品检定所);金锁固精丸(浓缩丸)为市售品。

甲醇为色谱纯试剂,其它试剂为分析纯试剂。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为 Diamonsil C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相为甲醇:0.4%磷酸溶液(60:40);检测波长为 365 nm;流速为 1.0 mL/min;进样量为 20 μL;室温操作。山奈素峰与其它杂质峰的分离度应不小于 1.5;理论板数按山奈素峰计算应不低于 3 000。

2.2 供试品溶液制备 取本品 5 g,研细,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 80% 甲醇 50 mL,密塞,称定重量,加热回流 1 小时,放冷,再称定重量,用 80% 甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 20 mL,精密加入盐酸 2 mL,置水浴中加热水解 1 小时,取出,迅速冷却,转移至 25 mL 量瓶中,用 80% 甲醇稀释至刻度,作为供试品溶液。

2.3 对照品溶液制备 取山奈素对照品,精密称定,加 80% 甲醇制成 8 μg/mL 的溶液,作为对照品

溶液。

2.4 线性关系考察 取山奈素对照品溶液(浓度:40 μg/mL)1、5、10、15、20 μL 注入液相色谱仪,测定。以山奈素进样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐标,得线性方程: $Y = 4\,161\,652.9X + 88\,301.0$, $r = 0.999\,6$,线性范围 0.04~0.80 μg。

2.5 精密度试验 精密吸取山奈素对照品溶液 20 μL,注入液相色谱仪,连续进样 5 次,分别测定峰面积,计算求得 RSD 为 0.2% ($n = 5$)。结果表明,精密度良好。

2.6 重复性试验 取同一样品,按供试品溶液制备方法制备 5 份供试液,分别测定,计算平均回收率为 95.81%,RSD 为 1.9%。

2.7 稳定性试验 取同一份供试品溶液,分别于制备后 0、3、6、8、10 小时进样测定,记录峰面积,结果 5 次测定的峰面积基本不变,计算得山奈素含量的 RSD 为 0.5% ($n = 5$)。表明供试品溶液在 10 小时内稳定性良好。

2.8 加样回收试验 分别取同一批已测定含量的样品约 2 g 共 5 份,精密称定,分别精密加入山奈素对照品溶液(37.4 μg/mL)各 5 mL,照供试品溶液制备方法制备,分别进样测定含量,计算回收率,结果平均回收率 95.5%,RSD = 0.4%。

2.9 空白干扰试验 按处方及工艺制备的不含沙苑子、莲须、莲子药材的阴性样品,测定,结果在山奈素相应保留时间处未出现色谱峰,说明阴性对照无干扰。

2.10 样品测定 分别对 4 批不同批号的样品中山奈素含量进行测定,结果平均山奈素含量 86 μg/g, RSD = 10.6%。

(收稿日期:2006-03-13)