

## · 药品检验 ·

## HPLC法测定降脂减肥片中葛根素的含量

青海红十字医院药房(810000) 吕琴霞

**摘要** 目的:建立降脂减肥片中葛根素的含量测定方法。方法:采用RP-HPLC法,色谱柱为Hypersil-ODS C<sub>18</sub>(250mm×4.6mm,5 $\mu$ m),流动相为甲醇-水(27:73),检测波长:250nm,流速:1mL/min。结果:在此色谱试验条件下,葛根素在0.0362 $\mu$ g~0.1812 $\mu$ g范围内呈良好的线性关系,平均加样回收率为98.6%,RSD=1.3%(n=5)。结论:方法简单、准确、灵敏,能有效控制降脂减肥片的质量。

**关键词** 降脂减肥片 葛根素 RP-HPLC  
中图分类号 R927.2

降脂减肥片收载于《卫生部药品标准》第十七册,由何首乌、葛根、枸杞子、丹参、茵陈、泽泻、大黄、菟丝子、三七、松花粉等组成,功效滋补肝肾、养益精血、扶正固本、通络定痛、健脾豁痰、明目生津、润肠通便,用于各型高血脂症、心脑血管硬化、单纯性肥胖、习惯性便秘、痔疮出血,原部颁标准中无含量测定,为了有效控制该品种的质量,我们采用高效液相色谱法对方中的葛根素进行了含量测定<sup>[1]</sup>。

**1 仪器与试剂** Agilent1100 高效液相色谱仪,Agilent G1314 VWD 紫外检测器,HP 化学工作站(美国Agilent公司);电子天平(SartoriusBT224S,北京赛多力斯仪器公司);电子天平(SartoriusR200-D,北京赛多力斯仪器公司);电子天平(METTLER PB1502-S,瑞士METTLER公司);超声波清洗器(B2500S-MT,上海必能信超声波清洗仪器有限公司)。

葛根素对照品(中国生物制品检定所提供,批号752-9002,含量测定用);甲醇为色谱纯,其它试剂均为分析纯,水为重蒸馏水,降脂减肥片(市售)。

**2 方法与结果**

**2.1 色谱条件与系统适用性试验** 色谱柱:依利特Hypersil-ODS柱(250mm×4.6mm,5 $\mu$ m);柱温:

室温;流动相:甲醇-水(27:73);检测波长:250nm。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取葛根素对照品2.27mg,置25mL量瓶中,加30%乙醇溶解并定容至刻度摇匀,精密移取1mL,置10mL量瓶中,加30%乙醇至刻度,即得浓度为9.06 $\mu$ g的对照品溶液。

**2.3 供试品溶液的制备** 取样品适量,研细,称取2.0g,精密称定,加甲醇80mL索氏提取3小时,放冷,将提取液移置50mL量瓶中,容器用少量甲醇洗涤,洗液并入量瓶中,加甲醇定容至刻度,摇匀,精密移取1.0mL,蒸干,加30%乙醇溶解并定容于10mL量瓶中,摇匀,即得供试品溶液。

**2.4 阴性对照溶液的制备** 按照处方的组成,取除葛根外的其余药味,按制备工艺要求制成不含葛根的制剂,按供试品溶液制备项下的方法制备阴性对照溶液。

在上述色谱条件下,精密吸取供试品溶液、对照品溶液、阴性对照溶液各10 $\mu$ L,分别注入液相色谱仪。供试品色谱图中,在与葛根素对照品色谱图相应保留时间上,分别有相同的色谱峰,而阴性对照在此无干扰,色谱图见图1。

**2.5 线性考察** 分别精密吸取上述对照品溶液(9.06 $\mu$ g/mL)4 $\mu$ L、8 $\mu$ L、12 $\mu$ L、16 $\mu$ L、20 $\mu$ L,按上述条件分别注入色谱仪测定,以对照品溶液进样量( $\mu$ g)为横坐标,以峰面积积分为纵坐标,绘制标准曲线,计算回归方程 $Y = 2E + 06X - 936.73$ , $r = 0.9999$ ,表明葛根素进样量在0.0362 $\mu$ g~0.1812 $\mu$ g范围内与峰面积呈线性关系。

**2.6 精密度考察** 精密吸取上述对照品溶液10 $\mu$ L,重复进样5次,按色谱条件操作进行,测峰面积,以峰面积计算RSD=1.8%,表明测定方法精密度良好。

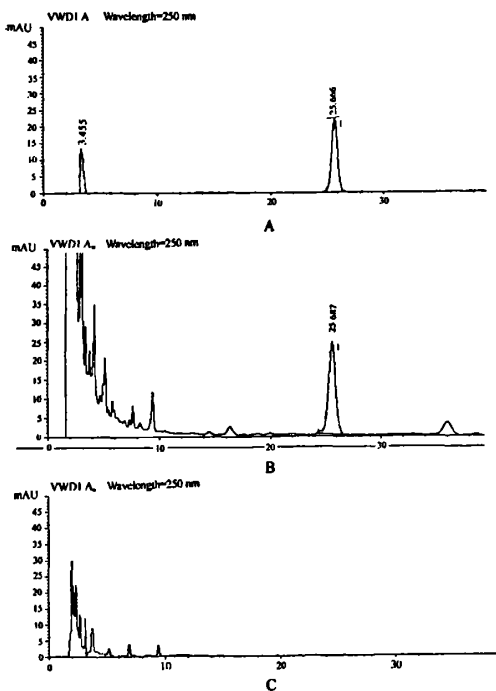


图1 降脂减肥片 HPLC 色谱图(A:葛根素对照品;B:供试品;C:阴性对照)

**2.7 稳定性试验** 取供试品溶液,分别在0、2、4、6、8小时进行测定,进样量10 $\mu$ L,测定峰面积的RSD=1.1%,说明供试品溶液在8小时内稳定。

**2.8 重现性试验** 按照上述含量测定方法对相同批号样品制备5份供试液,分别进样10 $\mu$ L,测定峰面积的RSD=1.6%,说明本方法重现性良好。

**2.9 加样回收率试验** 取样品(每粒含葛根素1.56mg)9份,每份取约1g,精密称定,分别精密加入葛根素对照品3.6mg、4.5mg、5.5mg各3份。按上述供试品溶液的制备方法制备,依法测定,计算加样回收率,结果平均回收率98.6%,RSD=1.3%,结果表明本方法加样回收较好,见表1。

表1 回收率测定结果

样品中葛根素含量 (mg)	加入葛根素量 (mg)	测出总含量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD%
4.45	3.6	8.01	98.89	98.6	1.3
4.51	3.6	7.98	96.39		
4.39	3.6	7.93	98.33		
4.52	4.5	8.91	97.56		
4.50	4.5	8.97	99.33		
4.46	4.5	8.99	100.67		
4.48	5.5	9.96	99.63		
4.53	5.5	9.94	98.36		
4.49	5.5	9.89	98.18		

**2.10 样品测定** 按上述含量测定方法,对3批样

品中所含葛根素进行含量测定,结果见表2。

表2 3批样品中葛根素含量测定结果

批号	含量 (mg/粒)	RSD (%)
1	1.56	1.2
2	1.61	1.3
3	1.57	1.7

### 讨 论

1)根据葛根素的化学性质,分别采用不同溶剂(甲醇、乙醇)、不同提取方法(回流、超声提取、索氏提取)进行样品的处理,制得的供试品溶液注入液相色谱仪进行测定,结果采用甲醇以索氏提取含量最高,且操作简单,故选择甲醇索氏提取法作为本品的样品处理方法。

2)对索氏提取时间进行了考察,考察结果可知,索氏提取3小时,即可将本品中葛根素基本提取完全,故确定提取时间为3小时。

3)试验结果表明,此法简便、稳定、重现性好,能够较好的控制降脂减肥片的质量。

### 参 考 文 献

1 中华人民共和国药典委员会.中国药典一部.北京:化学工业出版社,2005,122~123.

