

蒙药复方述达格-4 有效部位中山奈素和高良姜素的含量测定

齐秀琴

(兴安盟蒙医院 药学部 内蒙古乌兰浩特 137400)

摘要:目的: 探讨在蒙药述达格-4 中山奈素与高良姜素的含量测定中的有效方法。方法: 选取适量的述达格-4 样品, 以高效液相色谱法对其中的山奈素与高良姜素含量进行测定, 从而评价述达格的质量与效果, 判断该方法的有效性。结果: 通过测定, 结果显示样品中山奈素的线性范围处于 0.01545—0.1545ug 之间, 而高良姜素得到的线性范围处于 0.03—0.30ug 间。在重复性实验的结果中, 山奈素的含量平均为 0.38%, 高良姜素的含量为 1.18%, 两者的 RSD 数值分别为 1.36%、0.88%, 在加样回收率试验的评估中, 两者的回收率平均值分别为 98.88%、99.86%, 两者的 RSD 分别为 2.32%、2.06%。结论: 在蒙药复方述达格-4 的检测中, 利用高效液相色谱法可以得到理想结果, 不但简便准确, 并且重复性比较理想, 可以很好判断出药物的质量。
关键词: 述达格-4; 山奈素; 高良姜素

述达格-4 属于蒙药中的一种传统配方, 主要就是用于止痛平喘, 并且可以用于胃肠道疾病中, 在这些疾病的治疗中都可以发挥出很好的作用。在述达格-4 的临床应用中, 为能够使药物作用得到充分发挥, 必须要对其中的有效成分含量准确把握, 也就是山奈素与高良姜素。因此, 本文研究中以高效液相色谱法测定述达格-4 中山奈素与高良姜素的含量, 特报告如下。

1 资料与方法

1.1 仪器与材料

本次研究中使用的仪器主要包括电子天平、超声清洗仪、高效液相色谱仪, 还有紫外检测器。使用的材料主要就是述达格-4 中的各种药材, 纯净水, 以 Fisher 色谱纯试剂为乙腈, 分析纯, 山奈素与高良姜素对照样品。

1.2 方法

1.2.1 制作混合对照品储备液

选择干燥的高良姜素, 在 5ml 的容量瓶内称取 2.5mg, 然后以 10ml 容量瓶称取山奈素对照品 2.07mg, 将混合对照品的浓度设置成 0.00828mg/mL。

1.2.2 制备供试品溶液

准确称取述达格-4 药物 500mg, 将其放置在圆底烧瓶内部, 然后准确加入 100ml 浓度为 50% 的乙醇, 实行两次分流提取, 每次时间为 2h, 在保证温度的情况下以脱脂棉粗滤, 将两次提取的溶液混合在一起, 在溶液不存在醇味之后再回收, 选择 70% 的乙醇在 25ml 的容量瓶内进行定容, 将溶液摇匀, 将其作为有效部位样品溶液, 在 25ml 容量瓶内吸取该溶液 1ml, 对 70% 乙醇定容, 在要溶液摇匀之后, 以 0.45um 微孔滤膜进行过滤。

1.2.3 色谱条件及系统适用试验

在试验中将乙腈作为流动相, 将检测波长设置成 286nm, 选择梯度洗脱方式, 时间控制在 0—20min, 流速控制在 1.0ml/ml, 以 DiamosilC18 作为色谱柱, 柱温设置成 30℃, 进样量设置成 20uL。在上述色谱条件为基础, 发现山奈素及高良姜素和其杏林色谱峰之间的分离度都在 1.5 以上, 其对称因子处于 0.95—1.05 之间, 理论板数不低于 7000。

1.2.4 线性关系观察

选取六份混合对照品溶液分别进样, 其容量分别为 2.0uL、4.0uL、6.0uL、8.0uL、10.0uL、20.0uL, 对这些溶液以上述色谱条件为准实行 HPLC 分析, 将峰面积 Y 作为纵坐标, 将溶液质量 X 当作横坐标进行标准曲线的绘制, 在达到山奈素与高良姜素的回归方程时, 计算山奈素与高良姜素的线性范围, 其结果显示山奈素的线性范围处于 0.01545—0.1545ug 之间, 而高良姜素得到的线性范围处于 0.03—0.30ug 间^[1-2]。

1.2.5 精密度试验与重复性实验

在开展精密度试验中, 以上述色谱条件为准, 选择相同供试品溶液, 连续六次金属进样, 对山奈素与高良姜进行峰面积 RSD 的测定, 得到的结果分别为分别为 1.36%、0.88%。在重复性实验中,

制备六份相同的供试品溶液, 根据上述色谱条件实行检测。

1.2.6 稳定性实验

在上述色谱条件之下, 选择相同的供试品溶液, 分别在 0h、2h、4h、6h、8h、10h 及 12h 与 24h 时重复进样, 对山奈素及高良姜素进行峰面积 RSD 的检测, 分别为 0.78%、2.36%, 这表示在 24h 之内供试样溶液有着很好的稳定性。

1.2.7 加样回收实验

选择述达格-4 药材, 精密称取 2.5g, 一共 6 份, 制备有效部位样品溶液, 在 25ml 的容量瓶内吸取样品溶液 1ml, 加入山奈素 0.0226mg、高良姜素 0.0568mg, 在 25ml 容量瓶内对 70% 的乙醇进行定容, 在混合之后以 0.45um 的微孔滤膜将其过滤, 根据上述色谱条件检测, 对 RSD 回收率进行计算, 其结果显示两者的回收率平均值分别为 98.88%、99.86%, 两者的 RSD 分别为 2.32%、2.06%^[2-3]。

1.3 统计学分析

选择统计学软件 SPSS21.1 对实验结果数据进行统计分析, 对其中的计量数据以均数 ± 标准差表示, 其对其中的计数资料以 % 表示, 且实行 t 检验与 χ^2 检验。

2 结果

通过测定, 结果显示样品中山奈素的线性范围处于 0.01545—0.1545ug 之间, 而高良姜素得到的线性范围处于 0.03—0.30ug 间。在重复性实验的结果中, 山奈素的含量平均为 0.38%, 高良姜素的含量为 1.18%, 两者的 RSD 数值分别为 1.36%、0.88%, 在加样回收率试验的评估中, 两者的回收率平均值分别为 98.88%、99.86%, 两者的 RSD 分别为 2.32%、2.06%。

3 讨论

蒙药复方述达格-4 作为一种传统蒙药, 在临床上有着广泛的应用, 因而必须要保证其中的有效成分含量, 这样也就使药物整体品质得到保证, 这就要求对其中的有效成分山奈素与高良姜素含量进行测定。在以高效液相色谱法测定其含量的过程中, 在确保波长选择合理, 流动相选择合理, 且样品选择适当的情况下, 可以准确测出其含量, 对药品质量控制可以提供很好的依据。

综上所述, 在蒙药复方述达格-4 的检测中, 利用高效液相色谱法可以得到理想结果, 不但简便准确, 并且重复性比较理想, 可以很好判断出药物的质量。

参考文献:

- [1]杜银飞, 盛华, 信莎莎, 董玉, 杨仙仙, 郭占英. HPLC 法同时测定蒙药复方述达格-4 中四个黄酮类成分的含量[J]. 内蒙古大学学报(自然科学版), 2017, 48(05): 591—595.
- [2]张海玉, 李常胜, 塔娜. 高效液相色谱法测定蒙药复方述达格-4 有效部位中山奈素和高良姜素的含量[J]. 中外医疗, 2014, 33(20): 130—132.
- [3]贾鑫, 董娜, 董玉. 高效液相色谱法测定蒙药复方述达格-4 有效部位中山奈素和高良姜素的含量[J]. 内蒙古医学院学报, 2011, 33(03): 225—228.