

反相高效液相色谱法测定金钱草颗粒的含量

雷灼雨

(重庆市药品检验所 重庆 401121)

摘要:目的 用反相高效液相色谱 (RP-HPLC) 法测定金钱草颗粒中山柰素的含量。方法 色谱柱为 Diamonsil C₁₈ 柱 (150 mm × 4.6 mm 5 μm), 流动相为甲醇-水-磷酸 (50:50:1), 流速为 1 mL/min, 测定波长为 360 nm。结果 山柰素平均回收率为 98.52%, RSD = 0.23, 进样量与峰面积的线性范围为 0.406 ~ 3.248 μg, r = 0.999 8。结论 所建立的方法准确、可靠, 能满足质量控制要求。

关键词: 金钱草颗粒; 山柰素; 反相高效液相色谱法

中图分类号: R284.1; R286.0

文献标识码: A

文章编号: 1006-4931 (2007) 16-0024-01

金钱草颗粒为金钱草药材的单味制剂, 被《国家中成药标准汇编 (内科肝胆分册)》(2002 年, 第 380 页) 收载, 但标准中无含量测定项目。笔者参照有关文献报道^[1], 应用反相高效液相色谱 (RP-HPLC) 法测定金钱草颗粒中山柰素的含量, 效果满意, 该法可用于金钱草颗粒的质量控制。

1 仪器与试剂

HP-1100 型自动高效液相色谱仪 (美国), GB11A 泵, GB15ADAD 二级管阵列检测器, 色谱工作站。山柰素对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号为 110860-200204), 样品为不同厂家提供; 甲醇为色谱纯, 磷酸为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱 (150 mm × 4.6 mm 5 μm); 流动相: 甲醇-水-磷酸 (50:50:1); 流速: 1 mL/min; 检测波长: 360 nm; 进样量: 10 μL。

2.2 线性关系考察

精密称取山柰素对照品 10.15 mg, 置 100 mL 量瓶中加入甲醇溶解稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取 1.0 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 作为贮备液。精密吸取上述贮备液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 8.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 分别进样 10 μL。以峰面积为纵坐标、对照品质量浓度为横坐标绘制标准曲线, 得回归方程 $A = 108\,319\,C - 2\,533\,5$, $r = 0.999\,8$ 。结果表明, 进样量在 0.406 ~ 3.248 μg 范围内与峰面积线性关系良好。

2.3 精密度试验

吸取同一供试品溶液, 依法连续进样 6 次。结果峰面积分别为 1091.5, 1096.8, 1090.6, 1087.5, 1092.3, 1091.8, RSD = 0.28%。

2.4 稳定性试验

对被测溶液于 0.2, 4, 6, 8, 12 h 时进行测定, 结果峰面积基本不变, 表明被测溶液在 12 h 内较稳定。

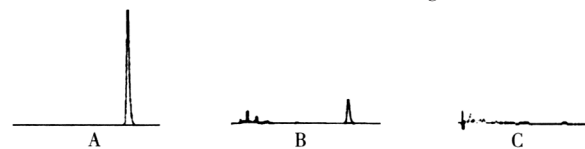
2.5 加样回收试验

精密吸取已知含量样品, 再分别加入山柰素对照品适量, 按上述色谱条件测定, 计算回收率, 结果见表 1。

2.6 样品含量测定

表 1 山柰素加样回收试验结果						
精密称取本品 10 g, 研细, 精密加甲醇 20 mL, 密塞, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失质量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 10 mL, 加甲醇 10 mL, 25% 盐酸溶液 5 mL, 置水浴回流 30 min, 放冷, 移置 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 滤过, 取续滤液 10 μL 进样。山柰素对照品溶液及供试品溶液色谱见图 1。按外标法以峰面积计算, 批号为 040502, 040807, 040876, 040902, 050401, 050501 的样品中山柰素含量分别为 19.64, 15.78, 16.35, 20.21, 11.23, 9.56 mg/袋。	样品含量 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)	$\bar{X}$ (%)	RSD (%)
	1.964	1.216	3.163	98.60	98.52	0.23
	1.957	1.216	3.154	98.44		
	1.928	1.532	3.435	98.37		
	1.936	1.532	3.451	98.89		
	1.941	1.817	3.731	98.51		
	1.956	1.817	3.742	98.29		

25% 盐酸溶液 5 mL, 置水浴回流 30 min, 放冷, 移置 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 滤过, 取续滤液 10 μL 进样。山柰素对照品溶液及供试品溶液色谱见图 1。按外标法以峰面积计算, 批号为 040502, 040807, 040876, 040902, 050401, 050501 的样品中山柰素含量分别为 19.64, 15.78, 16.35, 20.21, 11.23, 9.56 mg/袋。



A. 对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 阴性对照品溶液

图 1 高效液相色谱图

3 讨论

3.1 用 DAD 检测器对山柰素进行色谱检测, 确定的最佳波长为 360 nm。使用甲醇-水-磷酸 (50:50:1) 作流动相, 色谱系统不但可得到良好的峰形, 而且与相邻色谱峰的分度度良好, 且供试品峰无拖尾现象。

3.2 由于不同厂家的金钱草药材来源不同, 通过对不同厂家、不同批次样品进行测定, 可发现有的厂家的金钱草颗粒中山柰素含量很低, 有的则较高, 笔者建议金钱草颗粒含量定为每袋含山柰素应不低于 15 mg。本文介绍的检测方法可用于金钱草颗粒的质量控制。

参考文献:

[1] 杜勇, 李琰. 金钱草质量标准研究[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(5): 438.

(收稿日期 2006-11-16; 修回日期 2007-02-17)

消失。但从理论上推测, 肝动脉灌注榄香烯的同时, 如能配合碘油、明胶海绵栓塞肝动脉, 其疗效可能不亚于肝动脉化疗栓塞, 而毒副作用将有所减少。

综上所述, 笔者认为榄香烯乳联合化疗药物具有较强的杀灭肿瘤细胞和抑制肿瘤生长的作用, 疗效优, 毒副作用小, 无骨髓抑制, 因此在肝癌的介入治疗中值得推广和应用和进一步探索。

参考文献:

[1] 傅乃武, 金兰萍, 郭永泗, 等. β₂榄香烯的抗肿瘤作用和药理学研究[J].

中药通报, 1984(9): 35.