

反相高效液相色谱法测定复方鸡骨草片中栀子苷的含量

尹桂华¹, 杨美林², 仲崇林², 刘诗月² (1. 北华大学附属医院, 吉林市 132001; 2. 吉林省中医中药研究院, 长春市 130021)

中图分类号 R283.64; R927.2 文献标识码 A 文章编号 1001-0408(2007)03-0210-02

摘要 目的: 建立以反相高效液相色谱法测定复方鸡骨草片中栀子苷含量的方法。方法: 色谱柱为 Diamonsil C₁₈, 流动相为甲醇-0.1% 磷酸溶液(22: 78), 流速为 1.0 mL · min⁻¹, 检测波长为 254 nm, 柱温为室温。结果: 栀子苷进样量在 0.125~0.623 μg 范围内线性关系良好($r = 0.9996$), 平均回收率为 97.81% (RSD = 0.90%, $n = 9$)。结论: 本方法简便、准确、重现性好, 可用于复方鸡骨草片的质量控制。

关键词 复方鸡骨草片; 栀子苷; 反相高效液相色谱法; 含量测定

RP-HPLC Method for the Assay of Jasminoidin in Compound Frutex Abri Tablets

YIN Guihua(The Affiliated Hospital of Beihua University, Jilin 132001, China)

YANG Meilin, ZHONG Chonglin, LIU Shiyue(Jilin Provincial Academy of Traditional Chinese Medicine, Changchun 130021, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a RP-HPLC method for the assay of Jasminoidin in compound frutex abri tablets. METHODS: The separation of Jasminoidin was carried out on Diamonsil C₁₈ under room temperature. The mobile phase consisted of methanol-0.1% H₃PO₄ solution(22: 78) at a flow rate of 1.0 mL · min⁻¹. The detection wavelength was 254 nm. RESULTS: The linear range for Jasminoidin was 0.125~0.623 μg ($r = 0.9996$), and the average recovery was 97.81% (RSD = 0.90%, $n = 9$). CONCLUSION: The method is simple, accurate and reproducible, and suitable for the quality control of Jasminoidin in compound frutex abri tablets.

KEY WORDS Compound frutex abri tablet; Jasminoidin; RP-HPLC; Assaying

复方鸡骨草片是由鸡骨草、栀子、枸杞子等 9 味中药经一定工艺制成的片剂, 用于治疗肝胆湿热证所致的胁肋不舒、脘腹胀满、疲倦乏力、舌红苔腻等。为更好地控制复方鸡骨草片的质量, 笔者建立了以反相高效液相色谱(RP-HPLC)法测定其中栀子苷含量的方法。

1 材料

1.1 仪器

LC-10ATVP 高效液相色谱仪, 包括 SPD-10A 紫外检测器(日本岛津公司); N2010 色谱数据工作站(浙江大学智能信息工程研究所)。

1.2 试剂

复方鸡骨草片(吉林省中医中药研究院自制, 规格: 0.4 g · 片⁻¹, 批号: 050401、050402、050403); 栀子苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110749-200410); 甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.1% 磷酸溶液(22: 78); 流速: 1.0 mL · min⁻¹; 检测波长: 254 nm; 灵敏度: 0.01 AUFS; 柱温: 室温。

2.2 对照品溶液的制备

取栀子苷对照品适量, 准确称定, 加甲醇制成每 1 mL 含栀子苷 31.17 μg 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备及阴性样品溶液的制备

取本品 20 片, 准确称定, 研细, 取约 0.5 g, 加甲醇 30 mL,

超声处理 20 min, 放冷, 过滤, 滤液置于 100 mL 容量瓶中, 用少量甲醇分次洗涤容器和残渣, 洗液滤入同一容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。另按处方组成制备不含栀子苷的样品, 同法制备不含栀子苷的阴性样品溶液。

2.4 系统适应性试验

分别吸取“2.2”、“2.3”项下的对照品、供试品溶液及阴性样品溶液各 10 μL, 按“2.1”项下色谱条件进样测定, 记录色谱, 详见图 1。

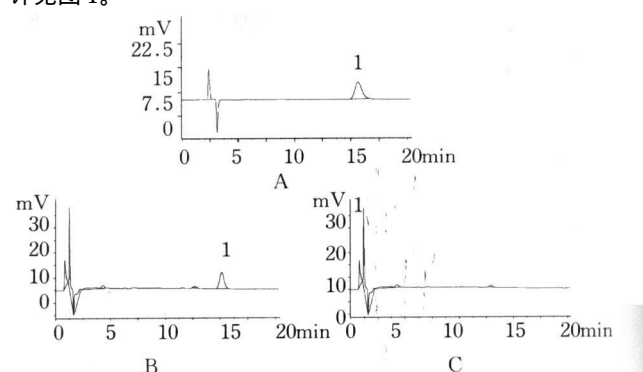


图 1 高效液相色谱

A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性样品; 1. 栀子苷

Fig 1 HPLC

A. reference substance; B. sample; C. negative sample; 1. jasminoidin

由图 1 可知, 阴性样品溶液在栀子苷峰位置无吸收峰, 栀子苷峰与其它组分峰基线分离。

2.5 线性关系考察

副主任药师。研究方向: 临床药学、药事管理。电话: 0432-2166316, E-mail: Yinguihua2005@yahoo.com.cn

轻宁胶囊质量标准研究

范开华¹, 张加雄¹, 王 凌², 罗艳梅³, 胡轶娟², 娄 俊¹ (1. 解放军第42医院药剂科, 乐山市 614100; 2. 成都中医药大学药学院, 成都市 611130; 3. 峨眉市第二人民医院, 乐山市 614200)

中图分类号 R283.65; R927.1 文献标识码 A 文章编号 1001-0408(2007)03-0211-03

摘要 目的: 建立轻宁胶囊的质量标准。方法: 采用薄层扫描法对轻宁胶囊中的山楂、陈皮进行定性鉴别; 采用高效液相色谱法测定金丝桃苷的含量。结果: 薄层色谱鉴别特征斑点明显; 金丝桃苷在0.3~1.5μg范围内线性关系良好($r=0.9993$), 平均回收率为100.2%(RSD=1.11%)。结论: 轻宁胶囊质量可控制。
关键词 轻宁胶囊; 质量标准; 薄层色谱法; 高效液相色谱法; 金丝桃苷

Study on Quality Criterion for Qingning Capsules

FAN Kaihua, ZHANG Jiaxiong, LOU Jun (Dept. of Pharmacy, No. 42 Hospital of PLA, Leshan 614100, China)

WANG Ling, HU Yijuan (College of Pharmacy, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611130, China)

LUO Yanmei (Emeishan No.2 People's Hospital, Leshan 614200, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the quality criterion for Qingning capsules. METHODS: Rhizoma cypripidis, pericarpium citri reticulatae in Qingning capsules were identified by TLC. The content of hyperoside was determined by HPLC. RESULTS: The TLC revealed clear spots in diagnostic characteristics. Hyperoside showed good linear relationship in the range of 0.3~1.5μg ($r=0.9993$), with a recovery rate of 100.2% (RSD=1.11%). CONCLUSION: The quality of Qingning capsules could be controlled.
KEY WORDS Qingning capsules; Quality criterion; TLC; HPLC; Hyperoside

准确称取栀子苷对照品适量, 加甲醇制成每1mL中含栀子苷31.17μg的溶液, 作为对照品溶液。分别精密吸取4、8、12、16、20μL, 注入HPLC仪, 按“2.1”项下色谱条件测定其峰面积积分值。以峰面积积分值(Y)为纵坐标, 栀子苷浓度(X)为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $Y=2183722.16X-26393.13$ ($r=0.9996$)。结果表明, 栀子苷进样量在0.125~0.623μg范围内线性关系良好。

2.6 精密度试验

精密吸取同一供试品溶液, 重复进样5次, 得其色谱峰面积的相对标准差(RSD)为0.45%, 表明其精密度良好。

2.7 重现性试验

取同一批号的复方鸡骨草片, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 平行测定5次, 测得RSD=0.56%。

2.8 加样回收率试验

取已知含量的复方鸡骨草片(规格: 2.05mg·片⁻¹)内容物9份, 精密加入一定量栀子苷对照品溶液, 按“2.1”项下色谱条件进样测定并计算, 结果详见表1。

2.9 样品含量测定

取3批样品, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 分别精密吸取该溶液和“2.2”项下对照品溶液各10μL, 按“2.1”项下色谱条件进样测定, 按外标法计算含量, 结果详见表2。

3 讨论

本试验曾比较了2005年版《中国药典》^[1]“栀子苷”项下含

副主任药师, 硕士。研究方向: 天然药物有效成分的分离及药品检验。电话: 0833-5832529。E-mail: bmzf@163.com

表1 加样回收率试验结果($n=9$)

Tab 1 Results of recovery test($n=9$)

样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	$\bar{x}$ /%	RSD /%
1.38	1.15	2.49	96.52	97.81	0.90
1.36	1.15	2.48	97.39		
1.37	1.15	2.50	98.26		
1.40	1.36	2.72	97.06		
1.39	1.36	2.73	98.53		
1.42	1.36	2.77	99.26		
1.41	1.63	3.01	98.16		
1.39	1.63	2.97	96.93		
1.40	1.63	3.00	98.16		

表2 样品含量测定结果($n=2$)

Tab 2 Results of content determination in samples($n=2$)

批号	平均含量/mg·片 ⁻¹
050401	2.08
050402	2.05
050403	2.20

量测定流动相乙腈-水(15:85)与甲醇-0.1%磷酸溶液(22:78), 结果发现甲醇-0.1%磷酸溶液(22:78)柱平衡时间短, 基线平直, 试验后色谱柱易清洗。

本试验简便、准确、重现性好, 且提取完全, 未引入其它杂质, 组分分离较佳, 可用于复方鸡骨草片的质量控制。

参考文献

[1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 2005年版. 北京: 化学工业出版社, 2005: 173.

(收稿日期: 2006-05-23 修回日期: 2006-07-10)