

HPLC 法测定消瘦平亢颗粒中栀子苷含量

寇翔¹, 宋少江²

(沈阳药科大学 1 药学院, 2 中药学院, 沈阳 110016)

[摘要] 目的:用 HPLC 法测定消瘦平亢颗粒中栀子苷含量。方法:色谱柱为 ODS(Diamonsil, 250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水(15:85), 流速为 0.8 mL·min⁻¹, 检测波长 238 nm。结果:栀子苷在 0.12 ~ 0.24 μg 进样量范围内栀子苷进样量与色谱峰面积呈良好的线性关系($r=0.9992$); 平均回收率为 96.79% ($n=5$), RSD 为 1.1%。结论:本法可以用于消瘦平亢颗粒中栀子苷含量的测定。

[关键词] 高效液相色谱; 消瘦平亢颗粒; 栀子苷

[中图分类号] R289.5; R917.4 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1003-3734(2006)09-0715-02

Quantification of geniposide in the granules of Xiao Ying Ping Kang by HPLC

KOU Xiang¹, SONG Shao-jiang²

(1 College of Pharmacy, 2 College of Traditional Chinese Medicine, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016, China)

[Abstract] **Objective:** To quantify geniposide concentration in the granules for removing goiter and restraining excess (Xiao Ying Ping Kang) by HPLC. **Methods:** The quantification was conducted by HPLC consisted of a ODS column (DIAMONSIL, 250 mm × 4.6 mm, 5 μm), an mobile phase of acetonitrile-water (5.3:94.7) with a flow rate of 0.8 mL·min⁻¹ and the detection at 238 nm. **Results:** The linearity of geniposide concentration curve was in the ranges of 0.12 ~ 0.24 μg ($r=0.9992$, $n=5$). The mean recovery was 96.79% with RSD of 1.1% ($n=5$). **Conclusion:** The convenient and reliable HPLC method is applied to quantify geniposide.

[Key words] high performance liquid chromatograph (HPLC); Xiao Ying Ping Kang granule; geniposide

消瘦平亢颗粒是山羊角、栀子、浙贝母、夏枯草、玄参、五味子、柴胡等 7 味中药组成的中药复方, 主治甲状腺机能亢进。栀子作为方中的臣药, 具有泻火除烦、清热利湿、凉血散瘀的活性, 其中所含栀子苷为消瘦平亢颗粒的重要活性成分。本研究建立 HPLC 法测定消瘦平亢颗粒中的栀子苷含量。

见-紫外检测器, ANASTAR 色谱工作站。

栀子苷对照品(购于中国药品生物制品检定所, 批号: 0749-9605), 甲醇、乙腈为色谱纯(山东禹王公司), 水为重蒸水。消瘦平亢颗粒由沈阳药大药业有限公司提供。

仪器与试剂

岛津 LC-10AT HPLC 色谱仪, SP 可变波长可

方法与结果

1 色谱条件

色谱柱: ODS (Diamonsil, 250 mm × 4.6 mm,



tion[J]. *Crit Care Med*, 2005, 33(8):1814-1822.

[3] 朱华. 急性肺损伤治疗药西维来司钠[J]. 世界临床药物, 2003, 24 (6):377-378.

[4] 汤慧芳, 朱一亮, 谢强敏, 等. 西维来司钠与急性肺损伤[J]. 世界临床药物, 2003, 24 (7):432-436.

[5] TOMIYAMA H, TAKARA I, TOKUMINE J, et al. Sivelestat sodium hydrate was effective for ARDS in a patient suffering from

chronic rheumatoid arthritis with acute exacerbation after failing to respond to high dose steroid pulse therapy [J]. *Masui*, 2004, 53 (9):1042-1046.

[6] 黄伟, 吴雪松, 岑均达. 西维来司钠的合成[J]. 中国医药工业杂志, 2003, 34 (8): 369-370.

编辑: 朱立/接受日期: 2006-01-07

5 μm); 流动相: 乙腈-水 (15:85), 流速: 0.8 mL \cdot min⁻¹, 波长: 238 nm。在本色谱条件下, 栀子苷对照品溶液、消瘦平亢颗粒供试品溶液和缺少栀子药材的供试品的阴性对照溶液的 HPLC 图见图 1。可见样品中其他组分不干扰栀子苷的分离测定。

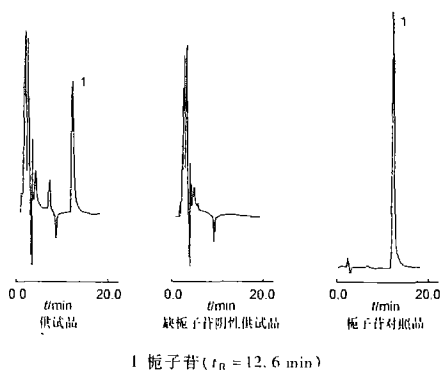


图 1 消瘦平亢颗粒中栀子苷含量的 HPLC 图

2 线性关系

取栀子苷对照品约 12 mg, 精密称定, 用甲醇溶解并转移至 100 mL 量瓶中, 稀释至刻度, 制得对照品溶液。按含量测定方法分别精密进样 10, 12.5, 15, 17.5, 20 μL , 测量峰面积积分值。经计算得到栀子苷色谱峰面积积分值 (X) 与进样量 (Y) 之间的回归方程式为: $Y = 4 \times 10^{-6} X - 3.96 \times 10^{-2}$, $r = 0.9992$ 。线性回归曲线说明, 在 0.12 ~ 0.24 μg 进样量范围内栀子苷进样量与色谱峰面积呈良好的线性关系, 故可采用外标一点法测定样品。

3 供试品及栀子苷阴性供试品溶液的制备

取供试品的细粉约 100 mg, 精密称定, 溶解于 50 mL 甲醇中超声提取 30 min, 滤过, 将甲醇蒸干, 再以少量甲醇溶解残渣, 转移至 25 mL 量瓶中定容, 再稀释 5 倍, 即得供试品溶液。

取复方中缺少栀子的其余 6 味药, 按上述供试品量精密称定, 溶解于 50 mL 甲醇中超声提取 30 min, 滤过, 将甲醇蒸干, 再以少量甲醇溶解残渣, 转移至 25 mL 量瓶中定容, 再稀释 5 倍, 即得栀子苷阴性供试品溶液。

4 精密度实验

取供试品溶液按上述色谱条件及检测方法连续进样 5 次, 每次 20 μL , 测得峰面积, 求得 RSD 为 1.0%。

5 稳定性试验

将供试品溶液按上述色谱条件及检测方法, 分别在制备样品后的 0.3, 7, 9, 12 h, 吸取 20 μL 注入高效液相色谱仪, 测得峰面积, 求得 RSD 值为 2.8%。试验结果表明供试品溶液在 12 h 内

稳定。

6 重复性实验

取同一批供试品溶液 5 份, 按上述色谱条件及检测方法测定, 结果 RSD 为 1.0%。

7 回收率实验

采用加样回收率测定法。取已知含量供试品 (批号 001206) 5 份, 各约 100 mg, 精密称定, 分别精密加入栀子苷对照品 1.89, 1.51, 1.80, 1.80, 2.02 mg 以甲醇定容于 25 mL 量瓶中, 摇匀, 作为供试品溶液。分别精密吸取供试品溶液 10 μL , 按上述色谱条件及检测方法测定, 平均回收率为 96.79%, RSD 为 1.1% ($n = 5$)。

8 样品测定

分别取 5 批供试品, 按“3”条件制备供试品溶液, 每次取 20 μL 注入高效液相色谱仪, 测定, 以外标法按峰面积计算, 结果 5 批 (001206, 001208, 001210, 010206, 020514) 样品中每袋样品中栀子苷的含量分别为 159.6, 166.2, 169.1, 176.6 和 168.0 mg ($n = 5$)。

讨 论

样品提取中, 比较了甲醇热回流法提取与甲醇超声提取法, 结果表明超声提取法优于加热回流提取法, 且简单快速。同时对样品提取时间进行了考察, 确定提取时间为 30 min。

在流动相选择中比较了甲醇-水, 乙腈-水等系统, 结果表明乙腈-水 (15:85) 分离效果最佳, 故以此为本实验的流动相。

[作者简介] 寇翔 (1982 -), 男, 本科生, 联系电话: (024) 24137108, E-mail: kouxiang@hotmail.com。

[通讯作者] 宋少江 (1970 -), 男, 副教授, 博士, 主要从事天然药物活性成分及质量控制研究。联系电话: (024) 23986510, E-mail: songsj99@yahoo.com.cn。

[参 考 文 献]

- [1] 李慧超, 李敬伟, 王艳萍, 等. RP-HPLC 法测定蒙药洪林林五味汤散中栀子苷的含量[J]. 中国药事, 2003, 17(5): 302-303.
- [2] 黄雪梅, 孔晓龙, 蒋伟哲, 等. RP-HPLC 法测定功劳去火片中栀子苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2003, 23(1): 79-80.
- [3] 李永庆, 陈蕾, 毛蓉, 等. 高效液相色谱法测定戒毒康胶囊中栀子苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2003, 23(1): 39-40.
- [4] 柳长青, 胡靖, 张莉. 高效液相色谱法测定越鞠保和丸栀子苷的含量[J]. 天津药学, 2002, 14(5): 67-68.

编辑: 朱立/接受日期: 2005-11-27