

高效液相色谱法测定银槠口服液中梔子苷的含量

李翔, 刘皈阳*, 马建丽, 周亮, 高磊

(解放军总医院第一附属医院药剂药理科, 北京 100048)

[摘要] **目的:** 建立测定银槠口服液中梔子苷含量的高效液相色谱方法。**方法:** 采用 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相甲醇-水 (25:75), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 238 nm, 柱温 30 °C。**结果:** 梔子苷浓度在 0.010 20~0.408 0 μg 与峰面积线性关系良好, 平均回收率为 99.35%, RSD 1.90% (n=6)。**结论:** 方法操作简便、结果准确, 专属性强, 可用于银槠口服液中梔子苷的含量测定。

[关键词] 银槠口服液; 梔子苷; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)24-0132-03

Determination of Geniposide in Yinzhi Oral Solution by HPLC

LI Xiang, LIU Gui-yang*, MA Jian-li, ZHOU Liang, GAO Lei

(Department of Pharmacy, First Affiliated Hospital of PLA General Hospital, Beijing 100048, China)

[Abstract] **Objective:** To establish an HPLC method for determination of geniposide in Yinzhi oral solution. **Method:** The Agilent Eclipse XDB-C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) was used with the mobile phase consisted of methanol-water (25:75); the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹, the detection wavelength was at 238 nm, and the column temperature was at 30 °C. **Result:** A good linear correlation of geniposide was observed within the range of 0.010 20-0.408 0 μg. The average recovery was 99.35% with RSD 1.90% (n=6). **Conclusion:** The method is rapid, simple and accurate. It can be used for the determination of geniposide in Yinzhi oral solution.

[Key words] Yinzhi oral solution; geniposide; HPLC

银槠口服液来自民间验方银槠汤, 由金银花、连翘、梔子、薄荷、牛蒡子、桔梗、甘草等多味中药组成, 具有辛凉解表, 清热肃肺的功能, 主治外感风热。方中梔子具有泻火除烦、清热利湿、凉血解毒的功能^[1]。目前, 有关梔子的现代药理研究陆续出现, 梔子苷为其主要活性成分之一, 具有抗病毒、保肝利胆、镇痛抗炎等作用^[2-5]。为了有效控制银槠口服液的质量, 本试验采用 HPLC 测定方中梔子中梔子苷的含量, 可以为建立该制剂的质量控制标准提供借鉴。

1 仪器与试剂

Agilent 1200 型高效液相色谱仪, Mettler AE240 型电子天平。梔子苷对照品 (中国药品生物制品检

定所, 批号 0749-9606), 银槠口服液 (10 mL/支, 批号 120305, 120312, 120319), 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相甲醇-水 (25:75), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 238 nm, 柱温 30 °C。理论塔板数按梔子苷峰计算不低于 5 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取梔子苷对照品 12.75 mg, 置于 50 mL 量瓶中, 用甲醇定容, 摇匀, 即得 255.0 mg·L⁻¹ 的对照品储备溶液。精密量取 1 mL, 置于 25 mL 量瓶中, 用甲醇定容, 即得 10.20 mg·L⁻¹ 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 精密量取银槠口服液 1 mL, 置于 100 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 0.45 μm 滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

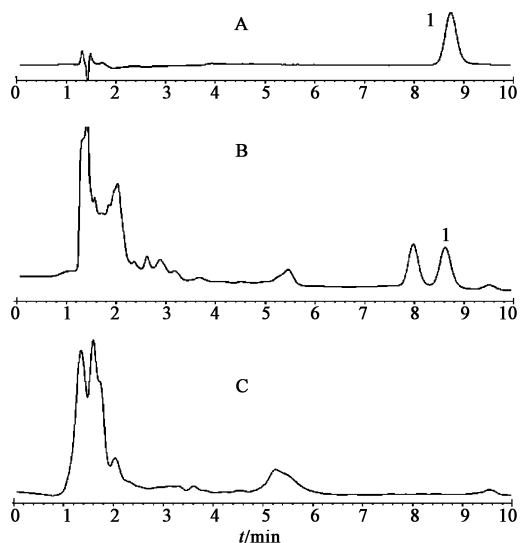
[收稿日期] 20120712(013)

[第一作者] 李翔, 博士, 主管药师, 从事医院药学和药物分析学研究, E-mail: lxbj@hotmail.com

[通讯作者] * 刘皈阳, 副主任药师, 从事医院药学, E-mail: liuguiy@gmail.com

2.4 阴性溶液的制备 按处方制备不含栀子药材的样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性溶液。

2.5 专属性试验 取对照品溶液、供试品溶液、阴性溶液各 10 μL ,按上述色谱条件进样测定。结果阴性对照溶液对栀子苷的测定无干扰(图 1)。



1. 栀子苷;A. 对照品溶液;B. 供试品溶液;C. 阴性对照溶液

图 1 银槠口服液高效液相色谱

2.6 线性关系考察 精密吸取栀子苷对照品溶液 1, 2, 5, 10, 20, 40 μL ,注入液相色谱仪。以栀子苷进样量(μg)为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y),绘制标准曲线,得回归方程为 $Y = 1\ 345.74X - 0.32$ ($r = 0.999\ 9$)。结果表明,栀子苷在 0.010 20 ~ 0.408 0 μg 与峰面积线性关系良好。

2.7 精密度试验 精密吸取对照品溶液 10 μL ,重复进样 6 次,测定峰面积。结果 RSD 0.91% ($n = 6$),表明方法精密度良好。

2.8 稳定性试验 取供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 进样测定峰面积。结果 RSD 1.03% ($n = 6$),表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.9 重复性试验 取同一批号样品 6 份(批号 120305),按 2.3 项下方法制备供试品溶液,测定栀子苷含量。结果栀子苷的平均含量为 0.440 3 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$,RSD 2.32% ($n = 6$),表明方法重复性良好。

2.10 加样回收试验 分别精密称取已知含量为 0.440 3 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的样品 6 份(批号 120305),分别精密加入 225.0 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 栀子苷对照品溶液 1 mL,按供试品溶液制备方法制备溶液,测定栀子苷含量,计算回收率,结果见表 1。

表 1 栀子苷加样回收率试验 ($n = 6$)

取样量 /mL	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
0.5	0.220 2	0.255 0	0.470 9	98.33		
0.5	0.220 2	0.255 0	0.469 5	97.78		
0.5	0.220 2	0.255 0	0.470 2	98.06		
0.5	0.220 2	0.255 0	0.479 2	101.59	99.35	1.90
0.5	0.220 2	0.255 0	0.471 1	98.41		
0.5	0.220 2	0.255 0	0.480 1	101.94		

2.11 样品含量测定 按供试品溶液制备方法制备样品溶液,依法测定样品中栀子苷的含量,结果批号为 120305, 120312, 120319 的 3 批样品中栀子苷的含量分别为 0.440 3, 0.482 1, 0.469 8 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$,RSD 分别为 2.32%, 1.49%, 2.05% ($n = 3$)。

3 讨论

现有文献中测定制剂中栀子苷的文献较多,采用的流动相种类复杂,主要包括乙腈-水、甲醇-水、甲醇-磷酸溶液、乙腈-醋酸溶液等不同体系^[6-10]。本试验通过比较不同流动相对测定的影响可以发现,采用甲醇-水作为流动相体系可以取得较好的色谱峰型和分离效果,符合系统适应性的要求。

从连续 3 批次银槠口服液的含量测定结果可以看出,其中栀子苷的含量较为一致,说明口服液的生产工艺较为稳定和一致,有利于保证产品质量的安全性和有效性。另外,重复性、稳定性、加样回收率等方法学考察结果均令人满意,可以保证测定结果的准确性。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2010: 231.
- [2] 刘益华, 李晶, 林曼婷, 等. 栀子有效成分栀子苷的现代研究进展[J]. 中国药学杂志, 2012, 47(6): 406.
- [3] 董婉茹, 刘洪毓, 丁雅光, 等. 栀子在治疗肝脏疾病中的研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(23): 250.
- [4] 游伟良, 平其能, 孙敏捷, 等. 栀子苷的药理学研究新进展. [J] 药学进展, 2012, 36(4): 158.
- [5] 张海燕, 邬伟魁, 杨军宣, 等. 栀子对心脑血管系统的作用研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(14): 294.
- [6] 吴学军. HPLC 测定黄槠花口服液中栀子苷[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(8): 67.

高孜万药材中总黄酮含量的测定

买买提·努尔艾合提^{1,3*}, 吐送江·阿不都艾尼², 木合塔尔·奴尔买买¹

(1. 新疆维吾尔自治区医学专科学校, 新疆和田 848000;

2. 新疆和田地区药检所, 新疆和田 848000; 3. 复旦大学附属华山医院, 上海 200040)

[摘要] 目的: 测定几种不同来源的维吾尔药材高孜万中总黄酮含量, 为高孜万药材的筛选及推广提供技术支持。方法: 以芦丁为对照品, 采用亚硝酸钠-硝酸铝-氢氧化钠显色法, 在510 nm处利用紫外分光光度法测定意大利牛舌草、琉璃苣、糙草、倒提壶等4种不同来源的高孜万药材中总黄酮的含量。结果: 意大利牛舌草、琉璃苣、倒提壶、糙草等4种不同来源的高孜万中总黄酮的含量分别为意大利牛舌草 $3.85 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 、琉璃苣 $3.72 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 、倒提壶 $2.35 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 、糙草(和田) $3.14 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 、糙草(策勒) $4.73 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 、糙草(于田) $3.76 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。其中策勒产糙草中总黄酮含量最高, 倒提壶含量最低。结论: 该方法准确、可靠、重复性好, 可以用作高孜万中总黄酮含量的测定。糙草、琉璃苣和意大利牛舌草中总黄酮的含量没有太大的差别。

[关键词] 高孜万; 意大利牛舌草; 琉璃苣; 糙草; 倒提壶; 总黄酮; 紫外分光光度法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)24-0134-03

Determination of Total Flavonoids in Several Gaoziban

Mammat Nurahmat^{1,3*}, Tursunjan Abduaini², Muhtar Nurmammad¹

(1. Xinjiang Uighur Medical Collage, Hotan 848000, China;

2. Hotan Prefecture Institute for Drug Control, Hotan 848000, China;

3. Department of Integrative Medicine, Huashan Hospital Fudan University, Shanghai 200040, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the content of total flavonoids in several different sources of Gaoziban. **Method:** Using rutin as a reference substance, the content of total flavonoids in Gaoziban of *Asperugo procumbens* from Hetian, Cele, and Yutian, *Anchusa italica*, *Borage officinales*, and *Cynoglossum officinales* were determined at 510 nm by UV spectrophotometry colored with sodium nitrite-aluminum nitrate-sodium hydroxide. **Result:** Content of total flavonoids in three Gaozibans of *Anchusa italica*, *Borage officinales*, *Cynoglossum officinales* were 3.85, 3.72, 2.35 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$; and three Gaozibans of *A. procumbens* from Hetian, Cele and Yutian were 3.14, 4.73, 3.67 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ respectively, among which the content of total flavonoids in Gaoziban was highest in *A. procumbens* from Cele and lowest in *C. officinales*. **Conclusion:** The method was accurate, reliable, repeatable, and could be used to determine the content of total flavonoids in Gaoziban. The content of total

[收稿日期] 20120507(012)

[基金项目] 新疆维吾尔自治区中医民族医药青年科技人才专项课题(2007ZMY22)

[通讯作者] *买买提·努尔艾合提, 副教授, 硕士, 从事维吾尔药材资源开发与利用研究, E-mail: mamat-nur@163.com

[7] 张大军, 王兆华. 高效液相色谱法测定复肾宁片中
栀子苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16
(12): 88.

[8] 万军. 高效液相色谱法测定鼻渊舒颗粒中栀子苷的
含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(19): 78.

[9] 王凌, 徐玲玲. HPLC法同时测定银翘解毒合剂中栀

子苷与黄芩苷的含量[J]. 中国药师, 2011, 14
(3): 375.

[10] 侯志坚, 师永清. 双波长 HPLC 同时测定防风通圣丸
中栀子苷和黄芩苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,
2011, 17(24): 80.

[责任编辑 顾雪竹]