

HPLC 测定复方茵陈糖浆中龙胆苦苷

王金鹏¹, 王砚², 任华忠¹, 王书林^{1*}

(1. 成都中医药大学峨眉学院, 四川 峨眉 614201; 2. 四川省食品药品检验所, 成都 610036)

[摘要] 目的: 建立以高效液相色谱法测定复方茵陈糖浆中龙胆苦苷含量的方法。方法: 色谱柱为 Diamond C₁₈ (4.60 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相甲醇-水 (25:75), 流速为 1 mL·min⁻¹, 检测波长为 270 nm, 柱温为 25 °C, 进样量为 10 μL。结果: 龙胆苦苷在 1.257 5~12.575 μg ($r=0.999\ 9$) 与峰面积积分值线性关系良好, 平均加样回收率为 99.24% (RSD 1.84%)。结论: 方法灵敏度高、简便、准确, 可用于复方茵陈糖浆的质量控制。

[关键词] 高效液相色谱法; 复方茵陈糖浆; 龙胆苦苷; 含量

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)11-0071-03

Determination of Gentiopicroin in Fufang Yinchen Syrup By HPLC

WANG Jin-peng¹, WANG Yan², REN Hua-zhong¹, WANG Shu-lin^{1*}

(1. Emei College, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Emei 614201, China;

2. Sichuan Provincial Institute of Food and Drug Control, Chengdu 610036, China)

[Abstract] **Objective:** To determine gentiopicroin in Fufang Yinchen Syrup by HPLC. **Method:** Samples were determined on a Diamond C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), the mobile phase consisted of methanol-water (25:75) with flow rate at 1 mL·min⁻¹, UV detection wavelength at 270 nm, column temperature at 25 °C and sample size at 10 μL. **Result:** The linear ranges of gentiopicroin was 1.257 5-12.575 μg ($r=0.999\ 8$), the average recovery were 99.24% (RSD 1.84%). **Conclusion:** The method is sensitive, simple, accurate, and it can be used for the quality control of Fufang Yinchen Syrup.

[Key words] HPLC; Fufang Yinchen syrup; assaying

复方茵陈糖浆系由龙胆、丹参、茵陈等 5 味中药组成, 具有清热解毒、祛瘀凉血、利湿退黄功效、用于肝胆湿热证、胁肋胀痛、恶心呕吐、纳呆腹胀、大便溏泄、小便短赤, 或见黄疸、舌质红、苔黄腻、脉弦数或滑数, 急性传染性肝炎见上述证候者^[1]。本方收载于卫生部药品标准《中药成方制剂》第十五册, 但标准中无含量测定方法, 不利于制剂的质量控制。为此, 建立了以高效液相色谱法 (HPLC) 测定制剂中龙胆苦苷含量的方法。

1 仪器与试药

Waters 2695 高效液相色谱仪, 包括四元泵、2487 紫外检测器、Empower2 工作站 (美国 Waters 公司); BP211D 电子天平 (德国赛多利斯); 龙胆苦苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 110770-200808); 复方茵陈糖浆 (成都中医药大学峨眉学院提供, 批号为 20090311, 20090318, 20090325, 规格 100 mL/瓶); 甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 其余试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Diamond C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相甲醇-水 (25:75)^[2], 流速 1 mL·min⁻¹, 检测波长 270 nm, 柱温 25 °C, 进样量 10 μL。

2.2 溶液的制备

[收稿日期] 20110115(005)

[第一作者] 王金鹏, 讲师, 从事中药质量研究, Tel: 0833-5591044

[通讯作者] * 王书林, 教授, 博士生导师, 从事中药品质研究, Tel: 0833-5591044, E-mail: wslgap@tom.com

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取龙胆苦苷对照品适量,加甲醇制成 $0.5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液,摇匀,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 准确量取复方茵陈糖浆 5 mL,用水稀释至 50 mL,通过 D101 型大孔吸附树脂柱(内径 1.5 cm,柱高 12 cm),用水 100 mL 洗脱,弃去^[1]水洗脱液,再用 75% 乙醇 80 mL 洗脱,收集 75% 乙醇洗脱液,60 °C 减压回收至无醇味,转移至分液漏斗中,加水至 20 mL,用水饱和正丁醇振摇提取 3 次,每次 20 mL,合并正丁醇液,蒸干,残渣用甲醇溶解,转移至 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液即得。

2.2.3 阴性对照溶液的制备 按处方制备不含龙胆的糖浆,并按 2.2.2 项下方法制备阴性对照溶液,备用。

2.3 系统适应性试验 分别取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液注入色谱仪,按 2.1 项下色谱条件进样。结果,阴性对照溶液在各对照品相同保留时间处未见明显的色谱峰,表明阴性对照无干扰,色谱详见图 1。

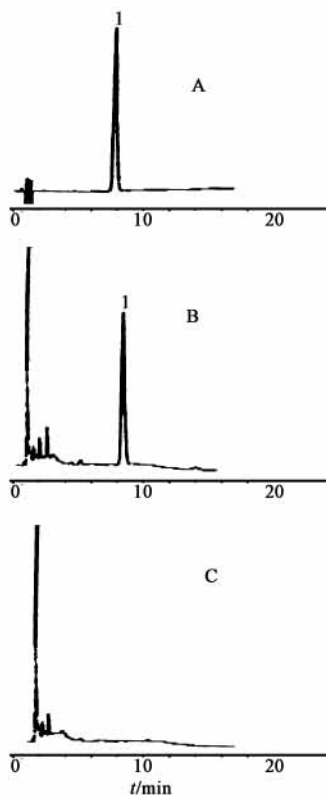


图 1 复方茵陈糖浆 HPLC

A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性供试品; 1. 龙胆苦苷

2.4 线性关系考察 分别准确量取对照品溶液(龙胆苦苷质量浓度为 $0.503 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$) 2.5, 5, 10, 15, 20, 25 μL , 进样, 记录峰面积, 以龙胆苦苷对照品进样量 (X) 为横坐标, 以峰面积 (Y) 为纵坐标进行线性回归, 得回归方程 $Y = -5.301 + 718X$ ($r = 0.9999$)。结果, 龙胆苦苷进样量在 $1.2575 \sim 12.575 \mu\text{g}$ 与峰面积积分值线性关系良好。

2.5 精密度试验 分别准确吸取对照品溶液 10 μL , 按 2.1 项下色谱条件重复进样 6 次。结果, 龙胆苦苷峰面积积分值 RSD 1.5%, 表明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验 准确吸取 2.2.2 项下溶液 10 μL , 分别于制备后 0, 1, 2, 3, 4, 24 h, 按 2.1 项下色谱条件进样测定。结果, 龙胆苦苷峰面积积分值 RSD 1.38%, 表明样品溶液在 24 h 内稳定。

2.7 重复性试验 取同一批号的复方茵陈糖浆样品 6 份, 按 2.2.2 项下方法制备溶液, 按 2.1 项下色谱条件进样测定。结果龙胆苦苷峰面积积分值 RSD 1.6%。表明本方法重复性良好。

2.8 加样回收试验 取已知含量的同一样品 6 份, 精密量取 2.5 mL, 分别加入一定浓度的龙胆苦苷对照品溶液 5 mL, 再加入水至 50 mL, 照 2.2.2 项下方法, 并按 2.1 项下色谱条件进样测定。结果, 龙胆苦苷平均回收率为 99.24%, 详见表 1。

表 1 龙胆苦苷加样回收率试验 ($n = 6$)

No.	样品含量 /mg	加入量 /mg	实测量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	2.231	1.762	3.997	100.23		
2	2.231	1.762	3.952	97.67		
3	2.231	2.238	4.516	102.10		
4	2.231	2.238	4.465	99.82	99.24	1.84
5	2.231	2.655	4.843	98.38		
6	2.231	2.655	4.813	97.25		

2.9 样品含量测定 取 3 批样品, 按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液, 并按 2.1 项下色谱条件测定龙胆苦苷的含量, 结果见表 2。

3 讨论

取龙胆苦苷对照品 3 mg 于 100 mL 量瓶中, 加入流动相溶解、定容, 摇匀 190 ~ 510 nm 进行紫外光谱扫描, 测得 270 nm 波长处有最大吸收, 且吸收值强、灵敏度高, 故采用此波长。

HPLC 测定不同产地野生与栽培地骨皮中总东莨菪内酯

刘伟*, 郭蕾, 崔永霞, 陈志红, 龚海燕
(河南中医学院分析测试中心, 郑州 450008)

[摘要] 目的:建立反相高效液相色谱测定地骨皮中总东莨菪内酯含量的方法。方法:采用 HPLC, Kromasil C₁₈ 色谱柱, 流动相乙腈-1% 冰醋酸水溶液(15:85), 流速 0.8 mL·min⁻¹, 柱温 30 °C, 检测波长 345 nm。结果:总东莨菪内酯在 6~48 mg·L⁻¹ 呈良好线性关系($r=0.9999$), 平均回收率 97.19% (RSD 1.77%)。结论:该方法准确、可靠并且专属性强。

[关键词] 高效液相色谱法; 地骨皮; 东莨菪内酯; 含量测定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)11-0073-03

Content Determination of Total Scopoletin in Wild and Cultivated *Cortex Lycii* from Different Areas by HPLC

LIU Wei*, GUO Lei, CUI Yong-xia, CHEN Zhi-hong, GONG Hai-yan
(Center of Analysis and Measurement of Henan College of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450008, China)

[Abstract] Objective: To establish an HPLC method for content determination of total scopoletin in wild

[收稿日期] 20101102(005)

[基金项目] 河南省教育厅自然科学研究计划项目(2009A360010)

[通讯作者] *刘伟, 教授, 从事中药质量标准 and 仪器分析方法的研究, Tel:0371-65575838, E-mail: hnliuwei2088@sina.com

表 2 复方茵陈糖浆样品含量测定($n=3$)

批号	龙胆苦苷 /g·L ⁻¹	平均值 /g·L ⁻¹	RSD /%
20090311	0.888 4	0.884 8	1.25
	0.872 4		
	0.893 4		
20090318	0.902 4	0.895 2	1.06
	0.898 8		
	0.884 4		
20090325	0.895 2	0.887 3	0.93
	0.878 8		
	0.888 0		

由于本方为中药复方制剂,成分复杂,采用供试品通过大孔吸附树脂后,再用正丁醇萃取的方法能较好的排除其他组分的干扰。

有关正丁醇萃取次数的确定,笔者在试验中曾就第 4 次正丁醇萃取液作了相关检测,结果表明,第 4 次正丁醇萃取液中已不含相应组分,故确定正丁醇萃取次数为 3 次。

本方法选择 2010 年版《中国药典》龙胆项下含量测定所用流动相,分离效果好,重复性好,且可有效排除其他组分的干扰。

综上所述,本方法灵敏度高、简便、准确,可用于复方茵陈糖浆的质量控制。

[参考文献]

- [1] 卫生部药典委员会. 中药成方制剂. 第 15 册[S]. 北京:化学工业出版社,1998:140.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2010:89.

[责任编辑 蔡仲德]