

# 高效液相色谱法测定紫金透骨喷雾剂中白花丹醌

郑林, 王爱民, 黄勇, 迟明艳, 王永林, 兰燕宇\*  
(贵阳医学院药学院, 贵阳 550004)

[摘要] 目的: 建立测定紫金透骨喷雾剂中白花丹醌含量的高效液相色谱法。方法: 采用 Elipse-XDB-C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 甲醇-水 (70:30) 为流动相, 检测波长为 406 nm。结果: 白花丹醌在 0.046 ~ 0.410 μg 呈良好线性关系 ( $r=0.9999$ ), 平均回收率为 99.96%, RSD 1.86%。结论: 该方法简便、快速、准确, 可用于紫金透骨喷雾剂的质量控制。

[关键词] 高效液相色谱法; 紫金透骨喷雾剂; 白花丹醌

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2010)17-0067-03

## Determination of Plumbagin in Zijintougu Sprays by HPLC

ZHENG Lin, WANG Ai-min, HUANG Yong, CHI Ming-yan, WANG Yong-lin, LAN Yan-yu\*  
(School of Pharmacy, Guiyang Medical University, Guiyang 550004, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for determination of plumbagin in Zijintougu sprays. **Method:** The column was Elipse-XDB-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) and the mixture of methanol-water (70:30) was used as mobile phase; the detection wavelength was at 406 nm. **Result:** The linearity was in the range of 0.046-0.410 μg ( $r=0.9999$ ). The average recovery was 99.96% with RSD of 1.86%. **Conclusion:** The method was simple, rapid and accurate, and suitable for the quality control of Zijintougu sprays.

[Key words] HPLC; Zijintougu sprays; plumbagin

紫金透骨喷雾剂是由紫金莲和透骨香等 6 味中药采用现代制剂提取技术富集有效成分精制而成的中药复方制剂, 具有活血散瘀、消肿止痛、舒筋通络之功效, 用于急性闭合性软组织损伤的治疗。紫金莲为方中主药, 其中白花丹醌是紫金莲的主要有效成分<sup>[1]</sup>, 为有效控制产品质量, 笔者参照有关文献<sup>[2-3]</sup>, 采用高效液相色谱法测定了紫金透骨喷雾剂中有效成分白花丹醌的含量, 为确保其临床疗效稳定可靠提供了科学依据。

### 1 仪器与试剂

高效液相色谱仪系统 (岛津 LC-10Avp), 包含 2

台 LC-10ATvp 泵; SPD-10Avp 紫外检测器, 7725i 手动进样阀, TC-100 柱温箱 (天津特纳科技公司), WML 色谱工作站 (广西威玛龙色谱科技公司); 超声波清洗机 (250 W, 29 ~ 34 kHz; 北京医疗设备二厂)。

甲醇 (德国 MERCK 公司) 为色谱纯; 水为乐百事纯净水; 其他试剂均为分析纯。白花丹醌对照品由作者从紫金莲药材中制备, 经 <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR, MS, UV, IR 等波谱鉴定为白花丹醌, 采用 HPLC-DAD 在多个波长检测其峰面积归一化结果均大于 98%; 紫金透骨喷雾剂由贵阳医学院贵州省中药民族药研究中心提供 (批号 20080313, 20080318, 20080320)。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱 Elipse-XDB-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 150 mm, 5 μm, 安捷伦科技公司); 流动相 甲醇-水 (70:30); 流速 1 mL·min<sup>-1</sup>; 柱温 40 °C; 检测波长 406 nm; 进样体积 10 μL。

[收稿日期] 20100909(003)

[基金项目] 贵州省中药现代化科技产业研究开发基金项目 (黔科合社字 [2008] 5014 号); 贵阳市科技计划项目 ([2008] 筑科农合同字第 16 号)

[通讯作者] \* 兰燕宇, 教授, 研究方向中药质量控制, Tel: 0851-6908899, E-mail: lanyanyu@gmail.com

## 2.2 溶液制备

**2.2.1 对照品溶液** 精密称取白花丹醌对照品 11.38 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得  $0.2276 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

**2.2.2 供试品溶液** 精密量取本品 5 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加 70% 乙醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

**2.2.3 阴性供试品溶液** 按紫金透骨喷雾剂制备工艺制得缺紫金莲的阴性样品制剂, 再按供试品溶液的制备方法制得阴性样品溶液。

**2.3 专属性试验** 取对照品溶液、供试品溶液和阴性供试品溶液, 在上述色谱条件下测定, 得色谱图 (图 1)。结果显示白花丹醌对照品与紫金透骨喷雾剂中白花丹醌的保留时间基本一致, 阴性供试品溶液在白花丹醌色谱峰位置处无相应的峰出现, 制剂中其他成分对白花丹醌的测定不产生干扰。

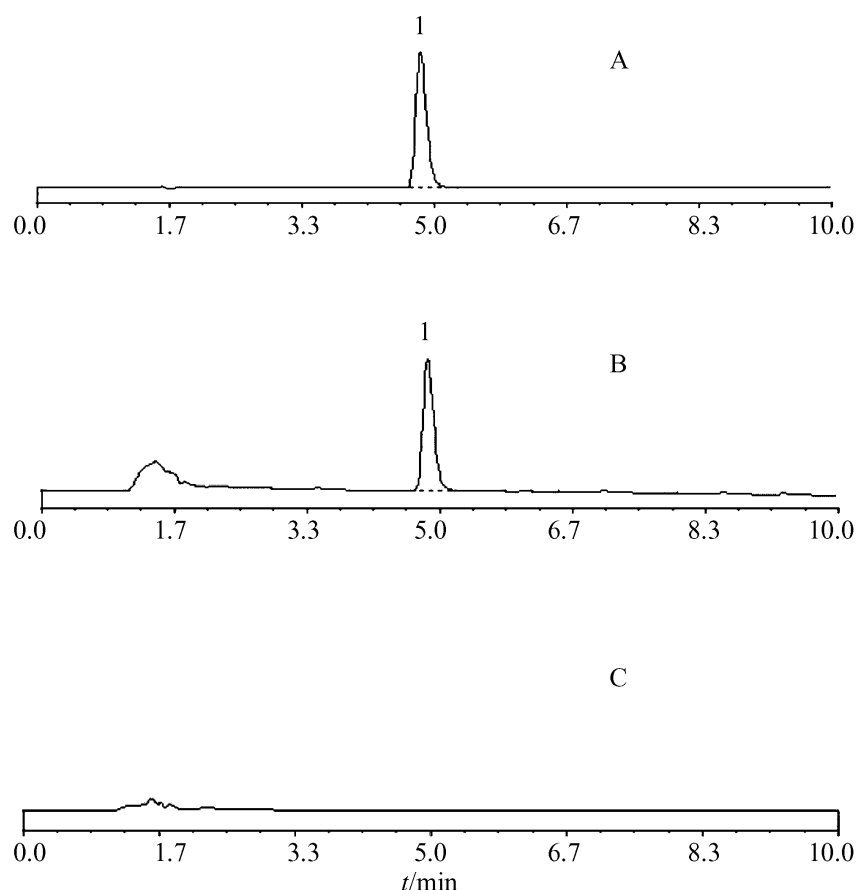


图 1 紫金透骨喷雾剂的 HPLC

A. 对照品溶液; B. 供试品溶液;

C. 阴性对照液供试品溶液; 1. 白花丹醌

**2.4 线性关系考察** 精密量取对照品溶液 1, 3, 5, 7, 9 mL, 分别置 50 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取 10  $\mu\text{L}$ , 注入液相色谱仪。以对照品进样量 ( $\mu\text{g}$ ) 为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程为  $Y = 3.86 \times 10^4 X - 5.95 \times 10^3$ ,  $r = 0.9999$ 。结果表明白花丹醌进样量在 0.046 ~ 0.410  $\mu\text{g}$  呈良好的线性关系。

**2.5 精密度试验** 取供试品溶液 1 份, 按照上述色谱条件重复进样 5 次, 峰面积平均值为 734 361, RSD

1.11%, 结果显示方法的精密度良好。

**2.6 重复性试验** 取同一批样品 (批号 20080313), 按供试品溶液制备方法供试品溶液 5 份, 按照上述色谱条件分别测定, 测得平均质量浓度为  $96.49 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ , RSD 1.32%。结果表明, 本方法重复性良好。

**2.7 稳定性试验** 取同一份供试品溶液, 照上述色谱条件分别于 0, 1, 2, 4, 8 h 进样测定, 记录峰面积, 结果白花丹醌峰面积的 RSD 1.13%, 表明供试品溶液在 8 h 内稳定性良好。

**2.8 回收率试验** 精密量取已测定含量的制剂 (批号 20080313,  $96.49 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 9 份, 精密加入白花丹醌对照品适量, 按供试品溶液制备方法制备, 分别进样, 测定, 计算白花丹醌回收率, 结果见表 1。

表 1 白花丹醌加样回收率测定

加入量 / $\mu\text{g}$	测得量 / $\mu\text{g}$	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
113.8	351.97	97.31		
113.8	358.51	103.06		
113.8	354.31	99.37		
227.6	469.87	100.46		
227.6	462.84	97.37	99.96	1.86
227.6	469.70	100.38		
341.4	588.91	101.84		
341.4	581.74	99.74		
341.4	583.18	100.16		

注: 取量均为 2.5 mL, 样品中含量均为 241.23  $\mu\text{g}$ 。

**2.9 样品测定** 取 3 批供试品, 分别按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液, 按上述色谱条件测定并计算含量, 结果见表 2。

表 2 3 批样品含量测定

批号	1	2	平均值
20080313	96.98	95.03	96.01
20080318	90.28	88.16	89.22
20080320	94.44	94.02	94.23

## 3 讨论

紫金透骨喷雾剂为经提取富集药用有效成分后制备而成的约含 70% 乙醇的液体制剂, 故取本品适量, 用 70% 乙醇稀释至一定浓度即可制得供试品溶液。该方法简便、准确、重复性好。

(下转第 71 页)

苗药卷 [M]. 贵阳: 贵州科技出版社, 2005: 292.

[ 2 ] 孙宜春, 王祥培, 靳风云, 等. 芭蕉根有效成分的初步研究 [J]. 时珍国医国药, 2009, 20(2): 360.

[ 3 ] 王敏. 芭蕉根外用治疗暑疖 [J]. 中国民族民间医药杂志, 1999, 7(41): 365.

[ 4 ] 余克涌, 余青俊. 芭蕉根治疗乳糜尿 [J]. 湖北中医杂志, 1989, 10(5): 16.

[ 5 ] 杨梓强. 鲜芭蕉根外敷治疗阑尾周围脓肿 [J]. 湖南中医学院学报, 1988, 8(2): 56.

[ 6 ] 左风. 泰国芭蕉对大鼠胃溃疡的防治作用 [J]. 国外医学·中医中药分册, 2002, 24(3): 171.

[ 7 ] 朱尚勤, 莫少泽. 芭蕉茎总生物碱对犬血压的影响 [J]. 现代应用药学, 1989, 6(4): 47.

[ 8 ] 顾仁勇, 张丽, 傅伟昌, 等. 芭蕉汁的抑菌作用 [J]. 食品与发酵工业, 2005, 31(3): 57.

[ 9 ] 顾采琴, 钟逸玲, 赖建平, 等. 香蕉果皮提取物抑菌特性研究 [J]. 广州大学学报: 自然科学版, 2009, 8(4): 27.

[ 10 ] Tsunashi Kamo, Nobuhiro Hirai, Kumiko Iwami, et al. New phenylphenalenones from banana fruit [J]. Tetrahedron, 2001, 57(36): 7649.

[ 11 ] Edward R Richter, Lois A Vore. Antimicrobial activity of banana puree [J]. Food Microbiol, 1989, 6(3): 179.

[ 12 ] 张倩, 常星, 康文艺. 芭蕉的 -葡萄糖苷酶抑制活性 [J]. 食品工业科技, 2010, 31(2): 125.

[ 13 ] 张倩, 康文艺. 芭蕉根活性成分研究 [J]. 中国中药杂志, 2010, 35(18): 2424.

[ 14 ] 洪英, 黄雁, 魏良宇. 浅谈纸片扩散法药敏试验 [J]. 福建畜牧兽医, 2004, 26(5): 56.

[ 15 ] 李希红, 陈荣, 纪付江, 等. 剑叶金鸡菊挥发油的抗菌活性研究 [J]. 安徽农业科学, 2009, 37(23): 10996.

[ 责任编辑 顾雪竹 ]

(上接第 59 页)

[ 6 ] 苏子仁, 周华, 刘中秋, 等. 大黄在提取精制过程中的化学成分变化研究( )——大黄的湿热分解机理探讨 [J]. 药物分析杂志, 1998, 18(2): 82.

[ 7 ] 苏子仁, 刘庆思, 徐必达, 等. 方药配伍对温补肾阳方君药补骨脂素、异补骨脂素煎出的影响 [J]. 中国实验方剂学杂志, 1996, 2(5): 8.

[ 8 ] 苏子仁, 徐必达, 刘庆思, 等. 磷脂对骨康补骨脂素、异补骨脂素煎出增溶作用探讨 [J]. 中国实验方剂学杂志, 1997, 3(3): 5.

[ 9 ] 方洪, 苏子仁, 梁永枢, 等. 复方虎茵汤方药配伍对有效成分煎出的影响 [J]. 中国实验方剂学杂志, 1997, 3(5): 1.

[ 10 ] 胥庆华, 刘丽云, 赵瑞华, 等. 中药药对大全 [M]. 北京: 中国中医药出版社, 1996: 174.

[ 11 ] 曾元儿, 陈丰连, 喻良文. 大黄蒽醌类在大承气汤复方配伍中的量变规律研究 [J]. 中国中药杂志, 2002, 27(1): 60.

[ 责任编辑 顾雪竹 ]

(上接第 68 页)

根据白花丹醌对照品甲醇溶液的紫外-可见光谱测定结果, 可知白花丹醌在 209, 265, 406 nm 处有吸收, 试验结果表明, 在 406 nm 进样测定, 灵敏度高, 基线平稳, 图谱分离较好, 且阴性对照无干扰。试验中考察了流动相比例、流速、柱温的变动对分离度等结果的影响, 发现在测定条件下, 系统的轻微变动对试验结果影响不大, 系统耐用性良好。

[ 参考文献 ]

[ 1 ] 国家医药管理局中草药情报中心站. 植物药有效成分手册 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1986: 845.

[ 2 ] 王爱民, 王永林, 李勇军, 等. 紫金莲药材的质量控制方法的研究 [J]. 中国中药杂志, 2008, 33(17): 2130.

[ 3 ] 龙海燕, 李惠, 黄晓燕, 等. HPLC 测定复方矮地茶片中岩白菜素的含量 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(9): 41.

[ 责任编辑 顾雪竹 ]