

# HPLC 测定独一味软胶囊中 8-epideoxyloganic acid 的含量

桑育黎<sup>1\*</sup>, 郝延军<sup>2</sup>, 陈沉<sup>1</sup>, 徐嘉瞳<sup>1</sup>

(1. 辽宁大学药学院, 沈阳 110036; 2 辽宁省食品药品检验所, 沈阳 110023)

[摘要] 目的: 建立独一味软胶囊中 8-epideoxyloganic acid 的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法。色谱柱: 迪马 C<sub>18</sub>(4.6 mm ×250 mm, 5 μm), 柱温 40 , 流动相甲醇-0.025 mol·L<sup>-1</sup>磷酸水(50 50), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 238 nm。结果: 8-epideoxyloganic acid 进样量在 1.979 2 ~9.896 μg 线性关系良好, 回收率均在 95.20% ~100.00%, RSD 均小于 5%。结论: 此方法准确可靠, 重复性好, 结果稳定, 可作为独一味软胶囊及其他独一味制剂中环烯醚萜成分含量测定的方法。

[关键词] 独一味软胶囊; 含量测定; 8-epideoxyloganic acid

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)13-0107-02

## Determination of 8-epideoxyloganic Acid in Duiyiwei Soft Capsules by HPLC

SANG Yu-li<sup>1</sup>, HAO Yan-jun<sup>2</sup>, CHEN Chen<sup>1</sup>, XU Jia-tong<sup>1</sup>

(1. Pharmaceutical College of Liaoning University, Shenyang 110036, China;

2. Liaoning Institute for Food and Drug Control, Shenyang 110023, China)

**[Abstract] Objective:** To set up a method for the determination of 8-epideoxyloganic acid in Duiyiwei soft capsule. **Method:** The quantitative analysis was performed on Diamond C<sub>18</sub> (4.6 mm ×250 mm, 59 μm) column and a mixture of methonal-0.025 mol·L<sup>-1</sup> phosphate solution (50 50) was used as the mobile phrase at a flow rate of 1.0 mL·min<sup>-1</sup>. The column temperature was at 40 and the detective wavelength was at 238 nm. **Result:** The linear range was 1.979 2 ~9.896 μg for 8-epideoxyloganic acid. The average recovery was 96.84% with RSD 2.07%. **Conclusion:** The method was accurate, reproducible, stable, and can be used as a quantitative standard for determination of iridoid glycosides in Duiyiwei soft capsule.

**[Key words]** Duiyiwei soft capsule; determination; 8-epideoxyloganic acid

8-epideoxyloganic acid 具有明显的镇痛、止血及一定的抗炎作用<sup>[1]</sup>, 为独一味镇痛止血的有效成分, 而且在独一味药材中分离得到的环烯醚萜类化合物中, 8-epideoxyloganic acid 的含量较高。所以本文建立了独一味软胶囊中 8-epideoxyloganic acid 含量测定的方法, 为独一味软胶囊及其他独一味制剂中环烯醚萜成分含量测定提供科学依据。

### 1 仪器与试药

LC-2010A 型高效液相色谱仪, Shimadzu CLASS-

VP V6.12 SP4 工作站(日本岛津公司), 色谱柱 Diamonsil(钻石)柱 4.6 mm ×250 mm, 5 μm(C<sub>18</sub>柱, 迪马公司)。METTLER AE240 分析天平。

独一味软胶囊(江苏万高药业有限公司), 对照品: 8-epideoxyloganic acid 为本实验室自行分离(结构式见图 1), 纯度 99.3%。试剂均为色谱纯(天津市大茂化学试剂厂)。

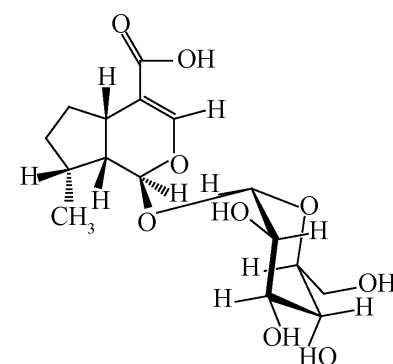


图 1 对照品 8-epideoxyloganic acid 结构式

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件与系统适应性

性 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-0.025 mol·L<sup>-1</sup>磷酸水(50 50)为流动相, 流速 1.0

[收稿日期] 20100519(007)

[基金项目] 辽宁省教育厅资助项目(2009A313)

[通讯作者] \* 桑育黎, 讲师, 生药学博士, 从事中药活性成分研究。Tel: 024-62202612, 13804973473, E-mail: ylsang1973@163.com

$\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ , 柱温 40 ; 检测波长 238  $\text{nm}^{[2]}$ , 进样量 10  $\mu\text{L}$ 。理论塔板数按 8-epideoxyloganic acid 峰计算, 应不低于 2 000。见图 2。

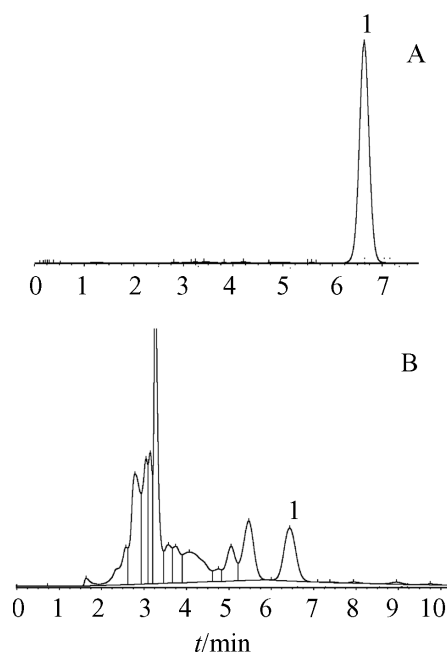


图 2 对照品、独一味软胶囊 HPLC 图

A. 对照品; B. 独一味软胶囊; 1. 8-epideoxyloganic acid

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取减压干燥至恒重的对照品 8-epideoxyloganic acid 9.896 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加水溶解, 并稀释至刻度, 摇匀。对照品溶液质量浓度为 0.989 6  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

**2.3 线性关系考察** 精密量取 2.2 中制备的对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10  $\mu\text{L}$  进样, 在 2.1 色谱条件下测定峰面积。以峰面积为纵坐标, 8-epideoxyloganic acid 进样量为横坐标, 绘制标准曲线, 并计算得回归方程。回归方程:  $Y = 759\ 353X + 221\ 430.8$ ,  $r = 0.999\ 6$ 。结果表明, 8-epideoxyloganic acid 在 1.979 2 ~ 9.896  $\mu\text{g}$  呈良好的线性关系。

**2.4 供试品溶液的制备** 取独一味软胶囊 3 粒, 破碎, 加 60% 乙醇 25 mL, 超声 (功率 200W, 频率 40 KHz) 提取 50 min, 滤过, 滤液置 25 mL 量瓶中, 加 60% 乙醇至刻度。

**2.5 稳定性试验考察** 精密吸取供试品溶液, 按上述色谱条件, 分别在 0, 2, 4, 6, 8 h 进行测定, 每次 10  $\mu\text{L}$ , 测定色谱峰面积。测定结果提示: 供试品溶液制备后 8 h 内测定, RSD 1.09%, 说明在此时间内, 供试品溶液化学性质稳定。

**2.6 精密度试验考察** 精密吸取供试品溶液, 按上述色谱条件, 连续进样 6 次, 每次 10  $\mu\text{L}$ , 测定色谱峰面积, 测定结果 RSD 1.81%, 表明仪器精密度良好。

**2.7 重复性试验** 取独一味软胶囊 3 粒, 共 6 份, 按“供试品溶液的制备”下方法提取, 精密吸取供试品溶液, 按上述色谱条件, 每次 10  $\mu\text{L}$ , 测定峰面积,

并计算含量。6 次测定结果的 RSD 为 3.49%, 表明其重复性较好。

**2.8 加样回收试验** 取已知含量的独一味软胶囊 2 粒, 破碎, 样品含量 5.6072 mg, 精密加入 8-epideoxyloganic acid 对照品溶液 4 mL (1.319 4  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ , 对照品加入量 5.2776 mg), 精密加 60% 乙醇 21 mL, 超声提取 50 min, 滤过, 滤液置 25 mL 量瓶中, 定容, 得供试品溶液, 共 5 份。进样 15  $\mu\text{L}$ , 计算回收率。测定结果见表 1。

表 1 8-epideoxyloganic acid 加样回收试验 (n=5)

No.	实测量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	10.678 9	96.10		
2	10.631 6	95.20		
3	10.885 3	100.00	96.84	2.07
4	10.637 8	95.32		
5	10.757 6	97.59		

结果提示: 本方法回收率在 95.20% ~ 100.00%, RSD 2.07%, 本方法回收率较好, 方法可行。

**2.9 样品含量测定** 取 3 批独一味软胶囊, 每批取 3 粒, 按“供试品溶液的制备”下方法提取, 按 2.1 色谱条件进行测定。每批平行做 2 份。3 批独一味软胶囊中 8-epideoxyloganic acid 的质量分数分别为 2.793 8, 2.736 8, 2.805 0 mg/粒。

### 3 结论

以往文献报道, 多以黄酮类成分芦丁、木樨草素为指标, 控制独一味制剂质量。本研究首次以独一味中镇痛止血有效成分 8-epideoxyloganic acid 为指标, 对独一味软胶囊进行含量测定研究。8-epideoxyloganic acid 属于环烯醚萜类成分, 具有明显的镇痛、止血及抗炎作用, 而且在药材中含量较高, 所以选定 8-epideoxyloganic acid 作为定量指标, 用于独一味药材及制剂的质量控制更具科学性。

本试验方法测定独一味软胶囊中 8-epideoxyloganic acid 的含量, 方法简便、准确, 样品峰分离度好, 为独一味软胶囊和独一味其他制剂中环烯醚萜类成分含量测定提供参考。

### [参考文献]

- [1] Motoyuki Nakamura, Katsumi Kido, Junei Kinjo, et al. Antinociceptive substances from *incarvillea delavayi* [J]. *Phytochemistry*, 2000, 53(2): 253.
- [2] 钱大玮, 段金廛, 朱玲英, 等. HPLC 测定独一味中 Phlorigidoside C 的含量 [J]. *中国药科大学学报*, 2004, 35(6): 549.

[责任编辑 全燕]