

高效液相色谱法测定穿心莲内酯掩味树脂复合物的含量

孙艳荣^{1,2}, 王跃生^{2*}, 梁玲², 刘芳菊¹, 杨帆¹, 丁丽¹, 欧阳旭¹

(1. 江西中医学院, 江西 南昌 330006; 2. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西 南昌 330006)

[摘要] 目的: 建立 HPLC 法测定穿心莲内酯树脂复合物中穿心莲内酯含量的方法。方法: Hypersil C₁₈ 柱, 以甲醇-水(55:45)为流动相, 检测波长 225 nm。结果: 穿心莲内酯进样量在(0.095 6~ 0.956) μg 范围内线性关系良好, 回归方程为 $Y = 230.4X + 47.264$, $r = 0.999 4$ ($n = 6$), 平均加样回收率为 99.99% ($n = 9$), RSD 为 0.88%。结论: 该方法准确、可靠、重复性好, 可作为穿心莲内酯树脂复合物中穿心莲内酯的含量测定方法。

[关键词] 穿心莲内酯; 掩味; 树脂复合物; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)10-0004-02

Determination of Andrographolide in Resin Complexes of Andrographolide Ion-exchange Resin by HPLC

SUN Yan-rong^{1,2}, WANG Yue-sheng^{2*}, LIANG Ling², LIU Fang-ju¹, YANG Fan¹, DING Li¹, OU Yang-xu¹

(1. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330006, China;

2 NPEC for Solid Preparation in Chinese Herbal Medicine, Nanchang 330006, China)

[Abstract] **Objective:** A HPLC method for determination of andrographolide's content in andrographolide-resin complexes was studied. **Method:** Hypersil C₁₈ column was used with methanol-water(55:45) as the mobile and the detection wavelength was set at 225 nm. **Results:** linear in a range of 0.0956~ 0.956 μg the regression equation for andrographolide was $Y = 230.4X + 47.264$ with $r = 0.999 4$. The average recovery was 99.99% and the RSD was 0.88%. **Conclusion:** The method is reliable and reproducible. It may be used for the determination of andrographolide in resin complexes of andrographolide ion-exchange resin.

[Key words] andrographolide; masking testing; resin complexes; HPLC

穿心莲内酯(andrographolide)是从爵床科植物穿心莲中提取到的二萜内酯类化合物, 味极苦将其制成树脂复合物可有效掩盖其苦味^[1], 有利于其制剂的开发。而穿心莲内酯树脂复合物含量测定的方法未见报道, 故本次实验采用 HPLC 法测定穿心莲内酯掩味树脂复合物的含量, 结果表明该方法准确、可靠、重复性好。

1 实验仪器与材料

Agilent 1100 高效液相色谱仪, UV-VIS 2550 可见

紫外分光光度计, AL104/01 分析天平, KQ-250 数控超声波清洗器。

穿心莲内酯对照品(中国药品生物制品检定所提供, 批号: 0797-200105), 穿心莲内酯掩味包合物(自制, 批号: 071202), D155 阳离子交换树脂(上海华震科技有限公司)。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Hypersil C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(55:45); 检测波长: 225 nm; 流速: 1.0 mg·min⁻¹; 柱温: 30 °C。

2.2 检测波长的确定 精密称取穿心莲内酯对照品 2.39 mg, 加乙醇溶解配制成 0.095 6 mg·mL⁻¹ 的

[收稿日期] 2008-03-11

[通讯作者] * 王跃生, Tel: (0791) 7119658, Email: wylw915@126.com

对照品溶液, 进行紫外扫描, 从扫描图可知穿心莲内酯溶液在 225 nm 有最大吸收, 故选择检测波长 225 nm。同时用乙醇配制不含药物的阴性溶液, 在 225 nm 处扫描, 看对主药的测定有无干扰, 结果显示没有干扰。见图 1~ 2。

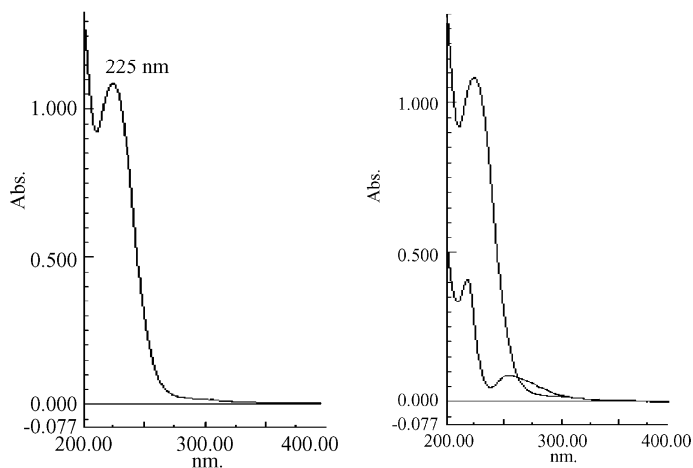


图 1 穿心莲内酯的 UV 扫描图 图 2 阴性对照的 UV 扫描图

2.3 供试品溶液的制备 精密称取一定量的掩味树脂复合物, 置 100 mL 的 NaCl 溶液中, 于 45 °C 恒温振荡 3 h, 过滤, 摇匀, 即得。

2.4 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5, 10 μL, 按上述色谱条件, 分别注入液相色谱仪, 记录峰面积。以峰面积积分作为纵坐标, 对照品浓度为横坐标, 得回归方程: $Y = 230.4X + 47.264$, $r = 0.9994$ ($n = 6$)。结果表明穿心莲内酯进样量在 (0.095 6~ 0.956) μg 范围内, 线性关系良好。

2.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液 10 μL, 按上述色谱条件, 注入液相色谱仪, 重复进样 6 次, 测定峰面积, RSD 为 0.48%。结果表明精密度良好。

2.6 重复性试验 称取一定量的穿心莲内酯树脂复合物, 精密称定, 共 6 份, 按照 2.3 项下方法操作, 按上述色谱条件测定, 峰面积分别是 182.1, 178.1, 178.9, 179.2, 179.7, 180.1。药物的平均含量为 $0.96 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 为 0.71%。

2.7 样品溶液的含量测定 精密吸取上述树脂复合物样品溶液各 10 μL, 按上述色谱条件, 分别注入液相色谱仪, 记录峰面积, 求穿心莲内酯树脂复合物中药物含量平均为 $1.51 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$, 交换反应曲线图见图 3, HPLC 色谱图见图 4, 5。

2.8 加样回收试验 称取一定量的穿心莲内酯树脂复合物, 精密称定, 共 9 份, 分别置容量瓶中, 加入

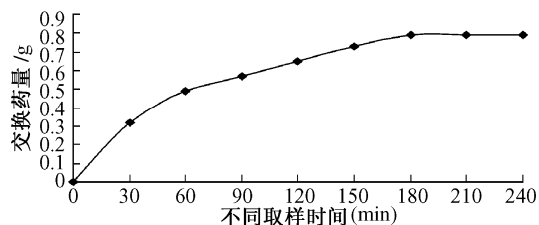


图 3 交换反应曲线图

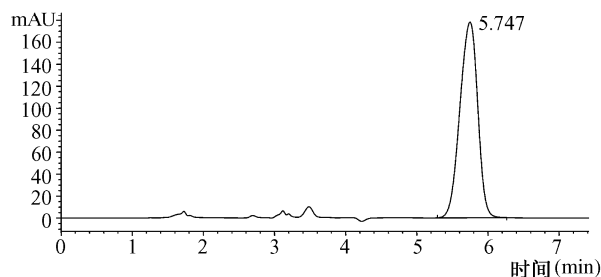


图 4 穿心莲内酯对照品 HPLC 图谱

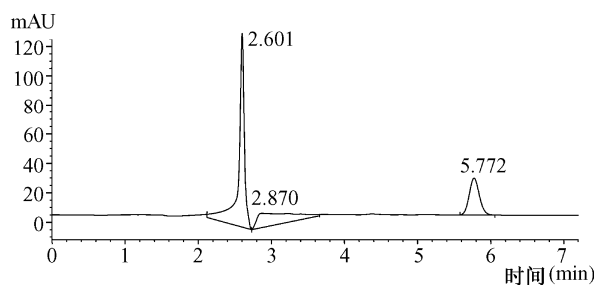


图 5 穿心莲内酯树脂复合物 HPLC 图谱

一定量的穿心莲内酯对照品, 按照 2.1, 2.4 项下方法操作, 测定峰面积, 平均加样回收率为 99.99%, RSD 为 0.88%。

3 讨论

药物树脂复合物含量测定时药物很难交换出来, 需要洗脱介质交换, 选择合适的洗脱介质使树脂复合物中药物最大量的交换。本次实验分别加入 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaCl 溶液, $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KCl 溶液, $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液考察穿心莲内酯树脂复合物的洗脱介质, 结果表明, NaCl 溶液交换的药物含量最高。

本次实验分别加入 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 和 $0.6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaCl 溶液考察穿心莲内酯树脂复合物的洗脱介质浓度, 结果显示, 洗脱介质的浓度越小, 越有利于药物的交换, $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaCl 溶液交换的药物含量最高。

[参考文献]

[1] 解小刚, 贺永莲, 邓盛齐. 离子交换树脂在药剂学中的应用进展[J]. 中国新药杂志, 2006, 15(2): 83-86.