

# 高效液相色谱法测定良附微乳口服液中 高良姜素的含量

王永辉<sup>1,2</sup>, 冯前进<sup>1\*</sup>, 牛欣<sup>2</sup>, 翟志光<sup>2</sup>

(1. 山西中医学院方剂教研室, 山西太原 030024; 2. 北京中医药大学, 北京 100029)

[摘要] 目的: 建立高效液相色谱法(HPLC)测定良附微乳口服液中高良姜素含量的方法。方法: 采用高效液相色谱法, 色谱柱为 Diamonsil C<sub>18</sub>(5 μm, 150 mm × 4.6 mm), 以甲醇-0.5% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(58: 42) 为流动相, 流速为 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长为 360 nm, 柱温 40 °C。结果: 高良姜素在(0.005~ 0.04) mg·mL<sup>-1</sup> 范围内呈良好的线性关系,  $r = 0.999 4$ , 平均回收率为 99.0%, RSD 为 2.0% ( $n = 5$ )。结论: 该方法简便、准确、可靠, 可用于良附微乳口服液的质量控制。

[关键词] 高效液相色谱法; 良附微乳口服液; 高良姜素

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)02-0009-02

## Determination of Galangin in Liangfu Oral Microemulsion Liquid by HPLC

WANG Yong-hui<sup>1</sup>, FENG Qian-jin<sup>1\*</sup>, NIU Xin<sup>2</sup>, ZHAI Zhi-guang<sup>2</sup>

(1. Shanxi College of Traditional Chinese Medicine, Taiyuan 030024, China;

2. Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100029, China)

[Abstract] **Objective:** To develop an HPLC method to determine the content of galangin in Liangfu oral microemulsion liquid. **Method:** The separation was performed on a Diamonsil C<sub>18</sub>(5 μm, 150 mm × 4.6 mm) column with methanol-0.5% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(58: 42) as mobile phase. The flow rate was 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, the detection wavelength was set at 360 nm and the column temperature was maintained at 40 °C. **Result:** The linear range of galangin was 0.005~ 0.04 mg·mL<sup>-1</sup>,  $r = 0.999 4$ . The average recovery was 99.0% with RSD 2.0%. **Conclusion:** The method is simple, reliable and accurate for determination of galangin in Liangfu Oral Microemulsion Liquid. It can be used for quality control of this preparation.

[Key words] HPLC; Liangfu Oral Microemulsion Liquid; galangin

良附丸由高良姜、香附(醋制)两味中药组成, 有行气疏肝, 祛寒止痛的功效, 临床多用于治疗肝气或寒邪犯胃所致的脘痛呕吐, 或胸胁胀痛等症。本实验室通过研究, 将良附丸改良成为一种新型的口服制剂——良附微乳口服液, 为《中国药典》<sup>[1]</sup> 所收载良附丸的一种新型改良剂型。

高良姜是良附微乳口服液的主要组成药物之一, 所含成分高良姜素具明显的镇痛、止呕作用<sup>[2,3]</sup>, 与高良姜的功效相一致。所以, 本试验以高良姜素作为良附微乳口服液的质量监控指标, 采用 HPLC 法测定了良附微乳口服液中高良姜素的含量<sup>[4]</sup>, 现将研究结果报告如下。

### 1 仪器、药品与试剂

Agilent1100 高效液相色谱仪(GA1311A 四元泵; GA1313A 自动进样器; GA1316A 柱温箱; GA1315DAD 检测器)。瓦里安紫外扫描分光光度计(Varian Cary50); 电子天平: 德国 sartorius BS224S(Max220g d

[收稿日期] 2007-05-18

[基金项目] 山西省科技基础条件平台建设项目(2005091016)

[通讯作者] \* 冯前进, Tel: (0351) 2272278; E-mail: xyqj728119@yahoo.com.cn

= 0.1mg); BT25S (Max21g d= 0.01 mg); 高良姜素对照品: 购自中国药品生物制品检定所, 为含量测定用对照品; 批号: 111669-2000501; 良附微乳口服液(北京中医药大学生物中医工程中心提供); 甲醇(色谱纯); 水为超纯水; 其余试剂均为市售分析纯试剂。

## 2 方法与结果

**2.1 对照品溶液的制备** 精密称取高良姜素对照品 5 mg, 置 5 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 2 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

**2.2 供试品溶液的制备** 精密量取良附微乳口服液 20 mL, 置分液漏斗中以等体积氯仿重复萃取 3 次, 合并氯仿层, 室温下挥干, 将残渣以适量甲醇溶解后, 移至 10 mL 量瓶中, 加甲醇适量, 超声 10 min, 冷却, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

**2.3 色谱条件** 色谱柱 Diamonsil C<sub>18</sub>(4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相 甲醇-0.5% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(58: 42), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 360 nm, 柱温 40 °C。分别取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL 注入色谱仪, 记录色谱图。色谱图见图 1, 2。

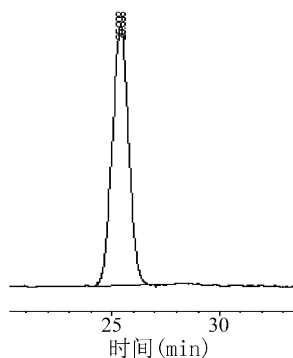


图 1 高良姜素对照品 HPLC 色谱图

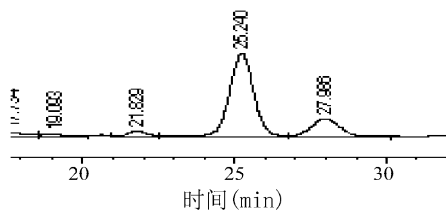


图 2 良附微乳供试品 HPLC 色谱图

**2.4 线性关系考察** 取不同浓度高良姜素对照液各 10 μL 分别注入色谱仪, 每个浓度测定 3 次。以峰面积平均值(A)为纵坐标, 对照品浓度(C)为横坐标进行回归, 绘制标准曲线, 得回归方程  $A = 3.06 \times 10^4 C + 2.58$ ,  $r = 0.9994$ , 表明高良姜素在(0.005~0.04) mg·mL<sup>-1</sup>之间与峰面积线性关系良好。

**2.5 精密度试验** 取高良姜素对照品溶液(0.02 mg

·mL<sup>-1</sup>) 10 μL 按照上述色谱条件连续测定 6 次, 记录峰面积, 并计算 RSD 为 0.99%, 表明精密度较良好。

**2.6 重复性试验** 精密量取同一批号良附微乳(批号 060913) 5 份, 照供试品溶液项下的制备方法制备, 取 10 μL 注入高效液相色谱仪, 依法测定, 以外标法计算样品中高良姜素的含量, 结果平均含量为 0.0216 mg·mL<sup>-1</sup>, RSD 为 2.5%, 证明此方法重复性良好。

**2.7 加样回收试验** 精密量取已知含量的良附微乳 5 mL, 精密加入高良姜素对照品 1 mg, 照供试品溶液项下的制备方法制备, 平行操作 5 份, 依法测定, 并计算回收率。结果表明, 高良姜素平均回收率为 99.02%, RSD 为 2.04%。

**2.8 稳定性试验** 取一份供试品溶液, 在 0, 6, 12, 18, 24 h 分别进样 10 μL, 依法检测, 结果峰面积的 RSD 为 2.92%, 表明供试品溶液中高良姜素在 24 h 内基本稳定。

**2.9 样品测定** 取不同批次样品, 照供试品溶液制备方法处理后依法测定, 以外标法计算样品中高良姜素的含量, 结果 3 批样品含量分别为 0.0214, 0.0213, 0.0203(mg·mL<sup>-1</sup>)。

## 3 讨论

良附丸为常用中成药, 我们将其制成良附微乳口服液后, 携带、服用更加方便, 减少了用药剂量, 提高了生物利用度, 质量可以控制, 是一种优于古方的新型现代制剂。

实验结果表明高良姜素在(0.005~0.02) mg·mL<sup>-1</sup>之间有良好的线性关系, 精密度、重复性、回收率和稳定性的检测均获满意结果, 证明本法可用于测定良附微乳口服液中高良姜素的含量。良附丸在《中国药典》<sup>[1]</sup> 虽有收载, 但其仅有显微鉴别和高良姜药材的薄层鉴别, 并无含量测定, 本方法为改进良附丸的质量标准亦提供了试验参考。

## [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005. 478.
- [2] 何瑞, 王涛, 李彩君, 等. 天然化学成分高良姜素研究进展[J]. 时珍国医国药, 1999, 10(10): 788.
- [3] 吴清和, 荣向路, 黄萍, 等. 高良姜素的药理学研究[J]. 中药材, 2000, 23(11): 699.
- [4] 李彩君, 黄劲梅, 谢培山, 等. HPLC 法测定高良姜中高良姜素的含量[J]. 中药新药与临床药理, 2002, 13(1): 41.