

# HPLC 法测定妇科千金胶囊中穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯的含量

郭炎荣\*, 卢 华

(广西壮族自治区人民医院, 广西 南宁 530021)

[摘要] 目的: 建立妇科千金胶囊中穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯的含量测定方法。方法: 以 XTerra RP<sub>18</sub> 色谱柱为分离柱, 以甲醇-水(45: 55) 为流动相, 采用 HPLC 法测定。结果: 本品中穿心莲内酯含量测定线性范围为(16~ 160)  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  ( $r=0.9999$ ), 平均回收率为 98.4% (RSD= 3.8%,  $n=5$ ); 脱水穿心莲内酯含量测定线性范围为(8~ 80)  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  ( $r=0.9999$ ), 平均回收率为 98.7% (RSD= 3.7%,  $n=5$ )。结论: 此法操作简单、结果准确, 可用于妇科千金胶囊的质量控制。

[关键词] 妇科千金胶囊; 穿心莲内酯; 脱水穿心莲内酯; 高效液相色谱法

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)10-0004-03

## HPLC Determination of Andrographolide and Dehydroandrographolide in Fukeqianjin Capsules

GUO Yan-rong\*, LU Hua

(The People's Hospital of Guangxi Zhuang Autonomous Region, Nanning 530021, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for the determination of Andrographolide and Dehydroandrographolide in Fukeqianjin Capsules. **Methods:** Using the method of HPLC, the XTerra RP<sub>18</sub> radial compression column was used with a mobile phase of methanol-water(45: 55). **Results:** The linear range of andrographolide was (16~ 160)  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  ( $r=0.9999$ ), and the average recovery was 98.4% (RSD= 3.8%,  $n=5$ ); the dehydroandrographolide was (8~ 80)  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  ( $r=0.9999$ ), and the average recovery was 98.7% (RSD= 3.7%,  $n=5$ ). **Conclusion:** This method was simple and feasible for the quality control of Fukeqianjin Capsules.

[Key words] Fukeqianjin Capsules; andrographolide; dehydroandrographolide; HPLC

妇科千金胶囊由穿心莲、千斤拔、会樱根、当归、鸡血藤等组成, 具有清热除湿、益气化痰, 用于湿热瘀阻所致的带下病、腹痛。其主要有效成分为穿心莲内酯及脱水穿心莲内酯等二萜内酯类<sup>[1]</sup>。根据 2005 版《中国药典》对穿心莲药材的含量控制要求, 本文采用 HPLC 对妇科千金胶囊中穿心莲内酯及脱水穿心莲内酯的含量进行了测定, 结果准确、操作简便, 现报道如下。

### 1 仪器与试剂

美国 Waters 600 型四元液相色谱泵, Waters 996 型光电二极管阵列检测器, Waters M32 色谱工作站; METTLER AE-240 型电子天平(瑞士); 超声振荡仪: SK3300LH(上海科导超声仪器有限公司)。穿心莲内酯对照品(批号: 0797-200106)、脱水穿心莲内酯对照品(批号: 110854-200305), 以上均为中国药品生物制品检定所提供。妇科千金胶囊(批号: 200606013, 200606026, 200606153, 湖南株洲千金药业有限责任公司提供)。流动相用水为重蒸水; 甲醇为色谱纯, 其余试剂均为分析纯。

[收稿日期] 2007-01-15

[通讯作者] \* 郭炎荣, Tel: (0771) 2186167; E-mail: guoyanro@163.com

com

## 2 方法和结果

**2.1 色谱条件及系统适应性** 色谱柱: XTerra RP<sub>18</sub> (5 μm, 3.9 mm × 150 mm, Waters 公司产品); 流动相: 甲醇-水 (45: 55); 检测波长为: 250 nm; 柱温为: 25 °C; 流速为: 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 在此色谱条件下, 理论

塔板数为按穿心莲内酯峰计算 > 5 000。供试品中穿心莲内酯与脱水穿心莲内酯能与其他成分很好分离, 分离度大于 1.5, 阴性试验在对照品位置无干扰, 见图 1。

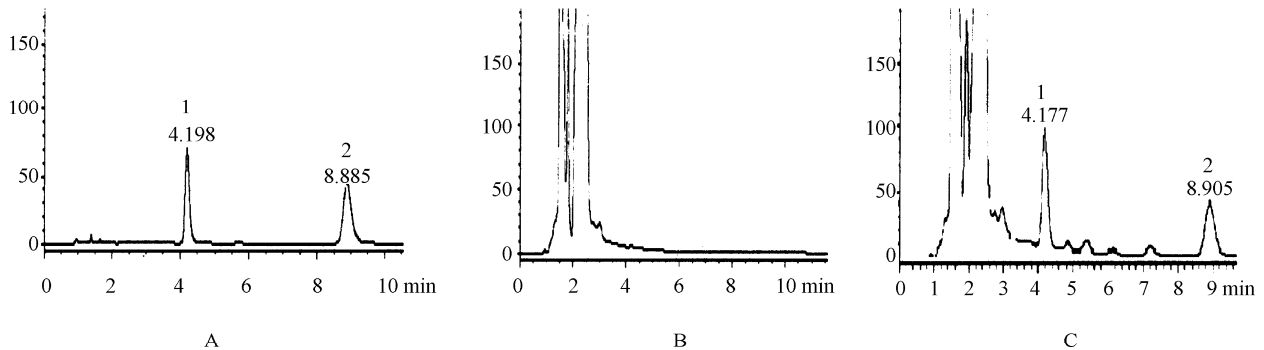


图1 高效液相色谱图

A. 对照品穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯; B. 阴性样品; C. 样品

1. 穿心莲内酯 2. 脱水穿心莲内酯

**2.2 对照品溶液制** 精密称取穿心莲内酯对照品 10 mg, 脱水穿心莲内酯对照品 5 mg 于 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解稀释至刻度, 摇匀, 即得对照品贮备液。

样品溶液进行测定, 结果测得穿心莲内酯含量为 4.157 mg·g<sup>-1</sup>, RSD= 0.78% (n= 5), 脱水穿心莲内酯含量为 1.592 mg·g<sup>-1</sup>, RSD= 1.3% (n= 5)。表明该方法重复性良好。

**2.3 供试液的制备** 取妇科千金胶囊内容物 1.0 g, 精密称定, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 密塞, 称定重量, 浸渍 30 min, 超声 30 min, 取出放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 过滤, 取续滤液, 用 0.45 μm 微孔滤膜滤过即得。

**2.8 稳定性试验** 取同一供试品溶液分别在 0, 2, 4, 8 h 进样测定, 结果供试品中穿心莲内酯含量的 RSD 为 1.4% (n= 5), 脱水穿心莲内酯含量的 RSD= 2.1% (n= 5)。表明被测成分在 8 h 内基本稳定。

**2.4 阴性对照溶液的制备** 按本品的处方、制法制备缺穿心莲的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成缺穿心莲阴性溶液。

**2.9 加样回收率试验** 取已知含量的样品粉末适量, 精密称定, 精密加入对照品溶液, 按供试液的制备方法测定。结果, 穿心莲内酯平均回收率为 98.4%, RSD 为 3.8%; 脱水穿心莲内酯平均回收率为 98.7%, RSD 为 3.7%。结果见表 1、表 2。

**2.5 标准曲线及线性范围考察** 精密吸取对照品贮备液 1.0, 2.0, 4.0, 8.0, 10.0 mL, 分别置于 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别进样 5 μL, 记录峰面积, 以峰面积对浓度进行回归分析, 得回归方程: 穿心莲内酯:  $Y = 1.94 \times 10^3 X - 8.57$  ( $r = 0.9999$ ); 脱水穿心莲内酯:  $Y = 4.03 \times 10^3 X - 3.37$  ( $r = 0.9999$ )。试验结果表明, 穿心莲内酯浓度在 (16~160) μg·mL<sup>-1</sup> 范围内, 脱水穿心莲内酯浓度在 (8~80) μg·mL<sup>-1</sup> 范围内, 线性良好。

表1 穿心莲内酯加样回收率试验结果 (n= 5)

样品中含量 (mg)	加入对照品的量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1.034	0.405	1.433	98.5		
1.122	0.405	1.543	104.0		
1.141	0.405	1.537	97.8	98.4	3.8
1.033	0.405	1.430	98.0		
1.103	0.405	1.513	101.2		

**2.6 精密度试验** 精密吸取同一对照品溶液, 连续进样 5 次, 测得穿心莲内酯 RSD 为 0.68%; 脱水穿心莲内酯 RSD 为 0.55%。其精密度符合要求。

**2.10 样品测定** 按供试液的制备及检测方法, 分别测定 3 个批号的样品, 结果穿心莲内酯含量 (mg/粒) 为 1.663, 1.612, 1.884; 脱水穿心莲内酯含量 (mg/粒) 为 0.637, 0.650, 0.725。

**2.7 重复性试验** 取同一批号样品分别制备 5 份

表 2 脱水穿心莲内酯加样回收率试验结果(  $n=5$  )

样品中含量 (mg)	加入对照品的量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.445	0.206	0.645	97.1		
0.401	0.206	0.615	103.9		
0.398	0.206	0.611	103.4	98.7	3.7
0.413	0.206	0.615	98.1		
0.405	0.206	0.609	99.0		

### 3 讨论

穿心莲主要有效成分为二萜内酯类成分<sup>[2]</sup>, 含有穿心莲内酯、新穿心莲内酯及脱水穿心莲内酯等, 本文选择穿心莲内酯及脱水穿心莲内酯二者含量作为测定指标。在供试液提取方法选择时, 我们对各种提取方法如直接超声提取、浸渍后超声提取以及

回流提取等方法进行了考察, 并对提取溶剂的选择、提取溶剂的用量、浸渍时间以及超声时间等因素水平进行了正交试验, 结果浸渍后超声方法所提得的总含量高于其他方法。

本文以 HPLC 法测定妇科千金胶囊中穿心莲内酯及脱水穿心莲内酯含量, 具有专属性强、分离效果好、灵敏度高优点, 可适用于妇科千金胶囊的质量控制。

### [参考文献]

- [1] 肖树雄, 王晓钰, 郑剑红. 穿心莲的成分及其分析方法研究概况[J]. 中国药师, 2002, 5(11): 693.
- [2] 任谦. 穿心莲药材质量研究[J]. 中药研究与信息, 2004, 10(6): 24.