

# 高效液相色谱法测定千喜片中脱水穿心莲内酯含量

袁桂平\*, 许妍

(江西省食品药品检验所, 江西 南昌 330046)

**[摘要]** 目的: 用高效液相色谱法测定千喜片中脱水穿心莲内酯的含量。方法: 采用 C<sub>18</sub> 色谱柱(250mm × 4.6mm, 5 $\mu$ m) 流动相: 甲醇-水(55: 45), 检测波长: 254nm, 流速: 1.0mL/min。结果: 脱水穿心莲内酯进样量在 0.041~ 0.61 $\mu$ g 范围内呈良好线性关系, 平均加样回收率为 97.9% (RSD= 1.3%)。结论: 该法简单, 结果准确可靠。

**[关键词]** 高效液相色谱法; 脱水穿心莲内酯; 千喜片

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2006)05-0017-02

中成药千喜片主要由穿心莲和千里光组成, 而穿心莲为其君药, 其有效成分确切, 主要含穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯, 但经药材薄层分析, 荧光淬灭斑点以脱水穿心莲内酯为主, 因此选择脱水穿心莲内酯为含测指标, 通过方法学研究, 建立了脱水穿心莲内酯含量测定方法, 可用于控制本品的内在质量。

## 1 仪器、药品与试剂

Agilent1100 高效液相色谱仪, 包括四元低压梯度泵系列, 在线脱气机, 全自动进样器, 化学工作站, 二极管阵列检测器。脱水穿心莲内酯对照品由中国药品生物制品检定所提供, 批号: 0854-9902。甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 其它试剂均为分析纯。

## 2 含量测定

**2.1 色谱条件与系统适用性试验** Diamonsil C<sub>18</sub>, 5 $\mu$ m (250mm × 4.6mm); 甲醇-水(55: 45)为流动相; 检测波长为 254nm。理论板数按脱水穿心莲内酯峰计算应不低于 2000。

**2.2 对照品溶液的制备** 取脱水穿心莲内酯对照品适量, 精密称定, 用 50% 甲醇制成每 1mL 中含 20 $\mu$ g 的溶液, 即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品 10 片, 除去包衣, 精密称定, 研细, 取约 1g, 精密称定, 精密加入甲醇 50mL, 称定重量, 超声处理 60min, 放冷, 用甲醇补足减失重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5mL 置 10mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 用 0.5 $\mu$ m 滤膜滤过, 即得。

**2.4 测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 测定, 5 批样品测定结果见表 1。

表 1 脱水穿心莲内酯含量测定结果

批号	脱水穿心莲内酯含量(mg/片)
20000623	0.58
20001215	0.89
20010622	0.34
20021114	0.59
20031018	0.30

## 3 方法学考察

**3.1 专属性** 按千喜片的制备方法制得去穿心莲空白样品, 再按供试品溶液制备法制得阴性样品溶液, 按含量测定法测定, 比较供试品溶液 HPLC 色谱(图 1)及脱水穿心莲内酯对照品 HPLC 色谱(图 2), 结果阴性样品中其它成分对脱水穿心莲内酯峰无干扰(图 3)。

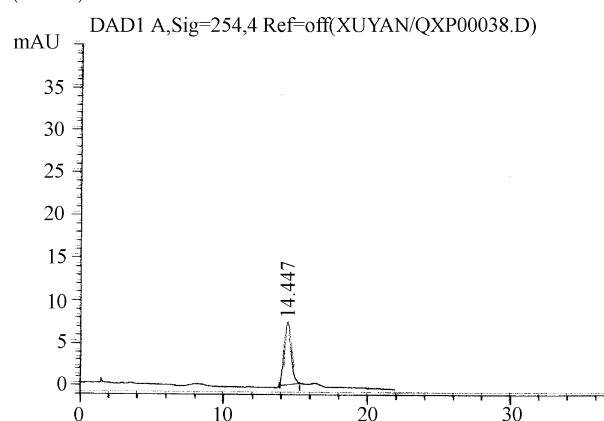


图 1 脱水穿心莲内酯对照品 HPLC 色谱图

[收稿日期] 2005-08-30

[通讯作者] 袁桂平, Tel: 0791-6226452; E-mail: jxygp@sohu.com

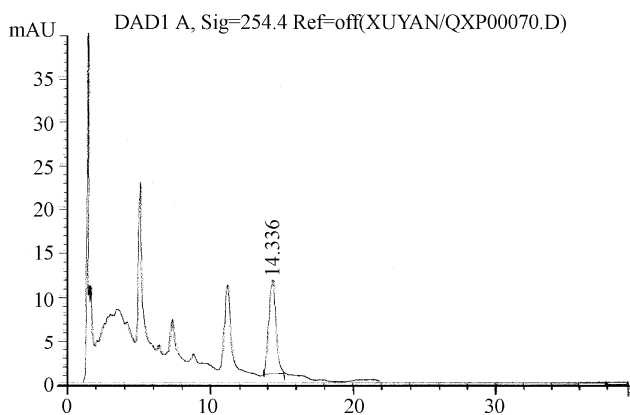


图 2 千喜片样品 HPLC 色谱图

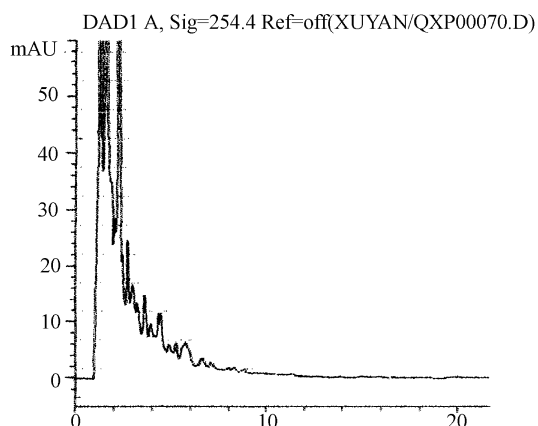


图 3 千喜片去穿心莲阴性样品 HPLC 色谱

**3.2 线性关系考察** 精密称取脱水穿心莲内酯对照品 10.23 mg 置 100mL 量瓶中, 加甲醇使溶解并稀释至刻度, 摇匀; 精密吸取 2mL 置 10mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。精密吸取上述对照品溶液 2 $\mu$ L、5 $\mu$ L、10 $\mu$ L、15 $\mu$ L、20 $\mu$ L、25 $\mu$ L、30 $\mu$ L, 注入液相色谱仪分析。以进样量( $\mu$ g)为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线并进行回归分析, 结果回归方程为  $y = 1741.5x - 13.4$ ,  $r = 0.9999$ 。结果表明: 脱水穿心莲内酯在 0.041~0.61 $\mu$ g 范围内, 峰面积与对照品进样量呈良好的线性关系。

**3.3 精密度试验** 精密量取脱水穿心莲内酯对照品溶液(0.02046mg/mL) 10 $\mu$ L, 按液相色谱条件, 进样测定 5 次, 结果 RSD 为 0.2%。

**3.4 超声提取时间的考察** 取本品内容物, 研细, 取 1g, 精密称定, 超声提取 15、30、60、90、120min, 放冷, 用甲醇补足减失重量, 滤过, 注入液相色谱仪测

定, 结果见表 2。结果表明: 采用甲醇为提取溶剂, 加热回流提取 1h, 即可将穿心莲内酯提取完全。

表 2 超声提取时间的比较试验

超声提取时间 (min)	取样量 (g)	峰面积 /g
15	1.0261	132.7
30	1.0378	133.4
60	1.0126	138.0
90	0.9801	137.1
120	0.9722	137.3

**3.5 稳定性试验** 取供试品溶液于 0、2、4、6、24h 进样测定, 脱水穿心莲内酯含量的 RSD 为 0.8%。结果表明: 本品供试品溶液在 0~24h 内基本稳定。

**3.6 重复性试验** 取本品 5 份, 照含量测定方法制备与测定, 结果脱水穿心莲内酯平均含量为 1.873 mg/g, RSD=1.6%。

**3.7 加样回收率试验** 取已知含量的同一批号样品 0.5g, 精密称定, 精密加入脱水穿心莲内酯对照品甲醇溶液(0.01555mg/mL) 50mL, 照含量测定方法制备和测定, 结果平均回收率为 97.7%, RSD 为 1.3%。

**3.8 穿心莲药材的测定** 取药材粉末 1g, 照含量测定方法测定, 结果见表 3。

表 3 穿心莲药材测定结果

批号	脱水穿心莲内酯含量(%)
1	0.133
2	0.294
3	0.062
4	0.112

#### 4 结论

查阅相关液相方法测定穿心莲含量的报道, 从中发现许多报道测定方法不稳定, 所用流动相较复杂, 并且难摆脱峰型差, 干扰大等缺陷。

本文采用成方中穿心莲测定脱水穿心莲内酯的方法属首次, 条件重复性好, 峰型美观, 而且能较好的控制药品质量, 相比较薄层扫描法而言简单, 直观, 因此, 生产企业用于生产控制, 能保证产品质量可靠、安全有效。