

# 高效液相色谱法测定奥林胃肝胶囊中熊果酸和齐墩果酸的含量

李成网\*

(安徽省医学科学研究所, 安徽 合肥 230061)

[摘要] 目的: 建立奥林胃肝胶囊中熊果酸和齐墩果酸的含量测定方法。方法: 采用 Prontosil Eurobond C<sub>18</sub> 柱, 乙腈-甲醇-0.4% 醋酸铵溶液(55: 25: 20) 为流动相, 检测波长为 210nm。结果: 熊果酸的回收率为 97.5%, RSD= 1.6% (n= 5); 齐墩果酸的回收率为 98.6%, RSD= 1.6% (n= 5)。结论: 该法简便、快速、重复性好, 可作为制剂的定量分析方法。

[关键词] 奥林胃肝胶囊; 熊果酸; 齐墩果酸; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)07-0008-02

奥林胃肝胶囊为宣木瓜提取物制成的制剂, 为5类中药新药。具有降低转氨酶作用, 用于急、慢性肝炎。本文选择了奥林胃肝胶囊中的主要有效成分熊果酸和齐墩果酸作为定量指标成分, 建立了奥林胃肝胶囊中熊果酸和齐墩果酸含量测定方法, 该方法具有简便、快速、重复性好的特点, 可作为本品的定量分析方法。

## 1 仪器与试剂

Waters 600 型液相色谱仪(美国); UV996 二极管阵列检测器(美国); 熊果酸对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110742-200313); 齐墩果酸对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 0709-9803); 奥林胃肝胶囊(安徽省医学科学研究所); 乙腈和甲醇(色谱纯); 水(重蒸水); 其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: Prontosil Eurobond C<sub>18</sub> 柱(250 × 4.6mm, 5μm); 流动相: 乙腈-甲醇-0.4% 醋酸铵溶液(55: 25: 20); 检测波长: 210nm; 柱温: 室温; 流速: 1mL/min。

**2.2 对照品溶液制备** 精密称取熊果酸和齐墩果酸对照品适量, 分别加甲醇溶解制成每 1mL 各含 1mg 的混合对照品溶液。

**2.3 供试品溶液的制备** 取胶囊内容物细粉(过四号筛)约 0.15g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25mL, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 250W, 频率 25KHz) 30min, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45μm) 滤过, 取续滤液, 即得。

**2.4 精密吸取混合对照品溶液** 6, 8, 10, 12, 14μL, 按上述色谱条件测定, 并以进样量为 X(μg) 为横坐标, 峰面积积分为 Y 为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程。齐墩果酸:  $Y = 1.713 \times 10^4 X - 9.10 \times 10^2$ ,  $r = 0.9990$ , 在 5.52 ~ 12.88μg 范围内呈良好的线形关系。熊果酸:  $Y = 1.459 \times 10^4 X + 9.802 \times 10^3$ ,  $r = 0.9990$ , 在 6.84 ~ 15.96μg 范围内呈良好的线形关系。

**2.5 稳定性试验** 取供试品溶液, 按供试品测定方法, 每隔 1h 进样 20μL, 连续进样 6 次, 结果表明在 5h 内熊果酸和齐墩果酸的峰面积值基本稳定, 熊果酸和齐墩果酸的 RSD 分别为 2.2, 2.4%。

**2.6 精密度试验** 取供试品溶液, 连续进样 5 次, 进样量相同, 按上述色谱条件测定吸收峰面积值, 峰面积值基本稳定, 熊果酸和齐墩果酸的 RSD 分别为 1.14, 0.99%, 表明其精密度良好。

**2.7 重复性试验** 依法取同一样品, 按样品测定方法项下, 进行 5 次平行试验, 结果表明本法重复性较好, 熊果酸(25.3mg/粒) 和齐墩果酸(14.2mg/粒) 的 RSD 分别为 1.8, 1.9%。

[收稿日期] 2005-09-28

[基金项目] 安徽省优秀青年科技基金(04043055)

[通讯作者] 李成网, Tel: (0551) 2828461; E-mail: lew100com@yahoo.com.cn

**2.8 加样回收率试验** 按样品测定方法项下,精密称取已知含量的样品,分别加入一定量的熊果酸

和齐墩果酸对照品,按上述色谱条件测定,计算回收率,结果表明本法具有良好的准确性,结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果

样品含量(mg)		对照品加入量(mg)		测得量(mg)		回收率(%)		平均回收率(%)		RSD(%)	
熊果酸	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸
9.592	5.533	6.372	5.321	15.752	10.769	96.7	98.4				
9.381	5.411	6.055	4.867	15.417	10.301	99.7	100.5				
9.119	5.260	6.337	5.058	15.305	10.122	97.6	96.1	97.5	98.6	1.6	1.6
9.240	5.330	6.774	5.223	15.875	10.507	97.9	99.1				
8.917	5.144	6.805	5.402	15.415	10.477	95.5	98.7				

**2.9 样品的测定** 精密吸取对照品溶液 10 $\mu$ L 和 20 $\mu$ L、供试品溶液 20 $\mu$ L,按上述色谱条件测定,以外标法计算熊果酸和齐墩果酸含量,结果见表 2。

表 2 样品中熊果酸和齐墩果酸含量(n=3)

批号	平均含量(mg/粒)		RSD(%)	
	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸
040517	25.2	14.5	2.0	1.7
040518	26.9	16.2	1.8	1.5
040519	25.6	14.0	1.7	1.9

### 3 讨论

本实验在参考文献<sup>[1,2]</sup>的基础上,测定奥林胃肝

胶囊中的主要有效成分熊果酸和齐墩果酸的含量,其方法简便、灵敏度高、重复性好、结果准确,可作为奥林胃肝胶囊的定量分析方法。并为含有熊果酸和齐墩果酸的药材和制剂的质量控制提供依据。

### [参考文献]

- [1] 项昭保,唐春红,陈刚.木瓜中齐墩果酸测定方法的研究[J].天然产物研究与开发,2001,13(4):23-26.
- [2] 罗晓清,郭小仪,俞学炜.RP-HPLC法测定枇杷叶中熊果酸和齐墩果酸的含量[J].中国野生植物资源,2004,23(5):50-51.