

高效液相色谱法测定颐神复记胶囊中二苯乙烯苷含量

丁家欣, 张秋海, 张 玲 (中国中医研究院基础理论研究所, 北京 100700)

摘要: 目的: 对颐神复记胶囊中二苯乙烯苷进行含量测定。方法: 高效液相色谱法, 流动相为乙腈-水(14: 86), 紫外检测波长 320nm, 流速 0.8ml/min。结果: 二苯乙烯苷在 0.0508~ 0.254 μ g 范围内线性关系良好, 平均回收率为 97.0%。结论: 该法简单, 分离完全, 重现性好, 可作为本制剂质量控制的方法。

关键词: 颐神复记胶囊; 二苯乙烯苷; HPLC

中图分类号: R283.6 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2002)06-0003-03

Determination of 2, 3, 5, 4'-tetrahydroxystibene-2-O- β -D-glucoside in Yishenfuji Capsule by HPLC

DING Jia-xin, ZHANG Qiu-hai, ZHANG Ling

(Institute of Chinese Medicine Basic Theory, China Academy of Traditional Chinese Medicine, Beijing, 100700, China)

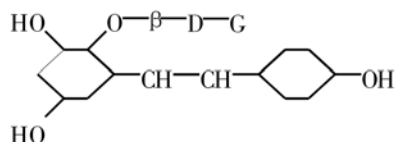
Abstract: Objective: To determine of contents of 2, 3, 5, 4'-tetrahydroxystibene-2-O- β -D-glucoside in Yishenfuji Capsule; Methods: HPLC was adopted. The mobile phase was consisted of acetonitrile-water(14: 86). The detection wavelength was at 320nm and flow rate was 0.8ml/min. Results: The linearity was obtained over the range of 0.0508~ 0.254 μ g. The average recovery was 97.0%. Conclusion: The method was simple and reliable. It is suitable for the determination of 2, 3,

收稿日期: 2002-04-04

5. 4'-tetrahydroxystibene-2-O-β-D-glucoside in Yishenfuji Capsule.

Key words: Yishenfuji Capsule; 2, 3, 5, 4'-tetrahydroxystibene-2-O-β-D-glucoside; HPLC

颐神复记胶囊是由制何首乌、栀子、泽泻等中药组成,可用于老年痴呆的治疗。其中制何首乌是君药,具有补肝肾,益精血,乌须发,强筋骨的功效^[1],是常用抗衰老药物之一。药理实验表明,制何首乌,具有明显降低大鼠血清中总胆固醇的作用^[2],能显著增加老年小鼠的脑和肝中蛋白质含量,降低脑和肝丙二醛的含量^[3]。若测定首乌中的降血脂成分二苯乙烯苷,则与颐神复记胶囊的功效更为吻合。故以二苯乙烯苷的含量测定为指标,来反映和控制颐神复记胶囊的内在质量。二苯乙烯苷,即 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯 2-O-β-D 葡萄糖苷,结构式如下:



G= 葡萄糖

二苯乙烯苷的测定方法主要有紫外分光光度法、荧光分光光度法、导数光谱法、气相色谱法、薄层扫描法、高效液相色谱法等,我们参照药典^[1],选择了分离效能高、重现性和精密度好的高效液相色谱法。

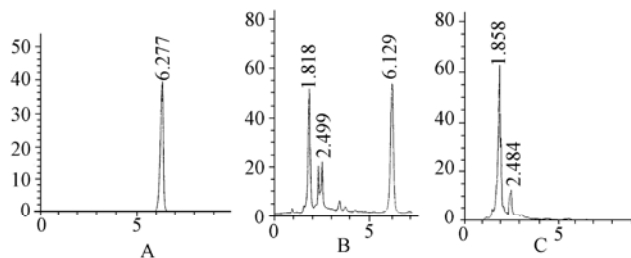
1 仪器与试剂

HP1100 高效液相色谱仪,紫外检测器,HP ChemStation 数据处理系统。乙腈为色谱纯,水为重蒸水,其他试剂均为分析纯。二苯乙烯苷对照品购自中国药品生物制品检定所,批号 0849-9801,含量测定用。颐神复记胶囊(批号: 010524, 010526, 010528)由本所制剂室提供。

2 方法与结果

2.1 色谱方法 HP vydac C₁₈ 色谱柱(4.6 × 150mm, 5μm);流动相:乙腈-水(14: 86);检测波长: 320nm;流速: 0.8ml/min;柱温: 30℃。在选定的条件下,二苯乙烯苷和样品中其它组分均能达到基线分离,二苯乙烯苷与其相邻的色谱峰的分度大于 1.5,按二苯乙烯苷峰计算,理论塔板数不低于 3000。同时取缺何首乌的阴性供试品溶液进样,结果表明,阴性供试品在二苯乙烯苷峰位置处无相应峰出现,样品及阴性供试品的高效液相色谱图见下图。

2.2 线性范围的考察 精密称取二苯乙烯苷对照品适量,加稀乙醇制成每 1ml 含 25.41μg 的溶液。精密吸取此对照品溶液 2、4、6、8、10μl 进样,测定其峰



A 对照品; B 样品; C 阴性对照

二苯乙烯苷对照品、样品及阴性对照 HPLC 色谱图

面积,并以峰面积值(Y)对进样量(X)进行回归处理,得回归方程 $Y = 4283.6056X - 6.2700$, $r = 0.9999$ 。结果表明在 0.0508μg~ 0.254μg 范围内,二苯乙烯苷峰面积与进样量有良好的线性关系。

2.3 供试品溶液的制备 取本品内容物 0.3g,精密称定,置锥形瓶内,精密加入稀乙醇 50ml,称定重量,加热回流 60min,放冷,用稀乙醇补足减失的重量。摇匀,滤过离心即得。

2.4 精密度试验 精密吸取对照品溶液 4μl,重复进样 5 次,测定峰面积积分值, RSD 为 1.24%。

2.5 稳定性试验 取样品供试液(批号 010528),分别于制备后 0, 4, 8, 24h 依次进样,测得二苯乙烯苷峰面积值 RSD 为 0.35%,试验结果表明,样品供试液在 24h 稳定性良好。

2.6 重现性试验 对同一批样品(批号 010528) 5 份,分别制备样品供试液,测定二苯乙烯苷的含量,结果 RSD 为 1.736%,试验结果表明,重现性良好。

2.7 回收率试验 取已知含量的样品(批号 010524) 约 0.2g,精密称定,精确加入对照品溶液 10μl (0.117mg/ml),按上述供试品溶液制备方法制备,并按上述色谱条件测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

编号	样品二苯乙烯苷含量(mg)	加入二苯乙烯苷量(mg)	测得二苯乙烯苷量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	2.401	1.170	3.511	94.9		
2	2.433	1.170	3.564	96.7		
3	2.502	1.170	3.670	99.8	97.0	1.87
4	2.342	1.170	3.483	97.5		
5	2.409	1.170	3.535	96.2		

2.8 样品测定 分别精密吸取对照品溶液 4μl 与供试品溶液 2μl,按上述色谱条件测定,结果见表 2。

(下转第 15 页)

(上接第4页)

表2 样品中二苯乙烯苷含量测定结果($n=3$)

批号	二苯乙烯苷含量%	RSD%
010524	1.14	2.36
010526	1.48	2.67
010528	1.11	2.70

3 结论

采用本文高效液相色谱法测定颐神复记胶囊中二苯乙烯苷的含量,说明方法可靠,简便,准确,灵

敏,重现性好,回收率等均符合要求,可作为该制剂的质量控制方法,并可作为其他复方制剂的参考。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典,一部[M].北京:化学工业出版社,2000.140.
- [2] 陈晓光,崔志勇,常一丁,等.何首乌对老年小鼠衰老指标的影响[J].中草药,1991,22(8):357.
- [3] 梅美珍,庄庆琪,刘桂贞.降胆固醇药物快速筛选法的研究[J].药学学报,1979,14(1):8.