

反相高效液相色谱法测定莲芝消炎片中脱水穿心莲内酯、穿心莲内酯的含量

★ 田桂红¹ 陈梅荣² (1. 江西南华医药 南昌 330046; 2. 江西省药物研究所 南昌 330029)

摘要:目的:建立莲芝消炎片中脱水穿心莲内酯、穿心莲内酯含量的 HPLC 测定方法。方法:色谱柱:Alltima C₁₈ (250 × 4.6 mm, 5 μm); 流动相:甲醇-水 (60:40); 流速:1 mL/min; 检测波长 254 nm; 柱温:25 ℃。结果:线性范围为穿心莲内酯在 0.110 8 ~ 1.773 1 μg, $r=0.9997$; 脱水穿心莲内酯在 0.151 1 ~ 2.417 0 μg, $r=0.9997$ 。穿心莲内酯平均回收率为 98.97%, RSD 为 1.34%; 脱水穿心莲内酯平均回收率为 101.56%, RSD 为 1.62%。结论:该 HPLC 法准确可靠、简单易行,适用于莲芝消炎片中脱水穿心莲内酯、穿心莲内酯的含量测定

关键词:莲芝消炎片; HPLC 法; 穿心莲内酯; 脱水穿心莲内酯; 含量测定

中图分类号:R 284.2 **文献标识码:**B

莲芝消炎片由穿心莲、山芝麻两味中药组成,具有清热解毒、凉血消肿的功效。穿心莲为方中主药,其所含二萜内酯类成分穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯是其清热解毒、消肿止痛、抗菌及抗病毒的有效成分,所以我们选择以穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯作为本品质量的检测指标,建立了本品中穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯的含量测定方法,经方法学考察,结果表明本方法简便、快速、准确。现报道如下。

1 仪器与试剂

大连依利特高效液相色谱仪(包括 UV200 II 紫外可变波长检测器, P200 高压恒流泵, EC2000 色谱工作站); KQ-250DE 型医用数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); 梅特勒-托利多 AE 100 电子天平(梅特勒-托利多上海仪器公司); Mettler M3 电子天平(0.001 mg)。

穿心莲内酯对照品(中国药品生物制品检定所, 批号:0979-200106), 脱水穿心莲内酯对照品(中国药品生物制品检定所, 批号:0854-200204)。莲芝消炎片, 自制。甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其余所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Alltima C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水 (60:40); 流速: 1 mL/min; 检测波长 254 nm; 柱温: 25 ℃; 进样量: 5 μL。理论板数按穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯峰计算均不应低于 2 000。

2.2 供试品溶液的制备 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 取约 0.2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 mL, 称定重量, 超声处理(功率: 250 W, 频率: 40 kHz) 30 分钟, 放冷, 称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.3 标准曲线的绘制 取穿心莲内酯对照品约 11 mg 及脱水穿心莲内酯对照品约 15 mg, 精密称定, 置同一 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 从中分别精密吸取 0.5、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 从中分别精密吸取 5 μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 以峰面积(A)对进样量(C)进行线性回归, 结果表明穿心莲内酯进样量在 0.1108 ~ 1.7731 μg 范围内与峰面积线性关系良好, 回归方程为: $A = 149\,386.71C + 1\,323.89$, $r = 0.9997$; 脱水穿心莲内酯进样量在 0.1511 ~ 2.4170 μg 范围内与峰面积线性关系良好, 回归方程为: $A = 327\,898.99C - 5\,244.40$, $r = 0.9997$ 。

2.4 精密度试验 精密吸取穿心莲内酯与脱水穿心莲内酯混合对照品溶液 5 μL 注入液相色谱仪, 记录峰面积, 重复测定 6 次, 结果穿心莲内酯 RSD 为 1.22%, 脱水穿心莲内酯 RSD 为 0.75%。

2.5 供试品溶液稳定性试验 取供试品溶液, 于 0、1、2、4、6、8、24 小时分别精密吸取 5 μL 注入液相色谱仪, 记录峰面积, 结果穿心莲内酯 RSD 为 1.41%; 脱水穿心莲内酯 RSD 为 1.50%。表明供试

HPLC-ELSD 法测定补中益气膏中黄芪甲苷的含量

★ 尧梅香 李诒光 王伟兰 郭勇 (江中药业股份有限公司 南昌 330096)

关键词:补中益气膏;黄芪甲苷;高效液相色谱法;蒸发光散射检测器

中图分类号:R 284.1 文献标识码:B

补中益气膏,功能补中益气,升阳举陷。用于脾胃虚弱,中气下陷,体倦乏力,食后腹胀,久泻,脱肛,子宫脱垂。黄芪在处方中为君药,用量最大,其有效成分为黄芪甲苷,具有较好的水溶性,而本品为水提工艺。因此拟建立本品的黄芪甲苷含量测定方法。通过方法学研究,HPLC-ELSD 法测定本品中黄芪甲苷的含量,具有准确度高、重现性好、专属性强、快捷简便等特点,可用于控制本品的内在质量。

1 仪器、试药及试剂

高效液相色谱仪(日本岛津 LC-10ATvp);检测器(美国 Alltech ELSD-2000);KQ-100E 医用超声波

品溶液在 24 小时内稳定。

2.6 重复性试验 取同一批号样品 6 份,精密称定,照正文中含量测定方法依法平行测定,结果穿心莲内酯平均含量为 8.707 mg/g, *RSD* 为 1.23%;脱水穿心莲内酯平均含量为 34.295 mg/g, *RSD* 为 1.71%。

2.7 加样回收率试验 取已知含量的本品(批号:20050202),研细,精密称取适量,分别精密加入穿心莲内酯对照品、脱水穿心莲内酯对照品适量,照正文中含量测定方法测定,计算,结果穿心莲内酯平均回收率为 98.97%, *RSD* 为 1.34%;脱水穿心莲内酯平均回收率为 101.56%, *RSD* 为 1.62%。

2.8 阴性干扰试验 分别取穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯混合对照品溶液、供试品溶液及阴性对照溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图。结果在选定的色谱条件下,供试品中穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯与其它组分分离较好,阴性对照在相应的位置处无干扰峰。

清洗器(昆山市超声仪器有限公司);ZFQ85A 旋转蒸发器(上海医械专机厂);黄芪甲苷对照品(批号为 078-200210)购自中国药品与生物制品检定所,补中益气膏(批号为:040201、040202、040203、040301、040401、040402);乙腈为色谱纯,水为重蒸馏水,其它试剂均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱: C_{18} 4.6 mm × 250 mm, 5 μ m, 流动相:乙腈-水(35:65), 流速:1.0 mL/min, 柱温:室温, ELSD 漂移管温度 99.3 $^{\circ}$ C, 空气流速 2.7 l/min, 理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于 5 000。

2.9 样品测定 取样品 3 批,依法测定含量,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果 /mg·片⁻¹

样品批号	穿心莲内酯含量	脱水穿心莲内酯含量	穿心莲总内酯含量	穿心莲总内酯平均含量
20050401	2.737	7.849	10.586	0.590
	2.718	7.876	10.594	
20050402	2.831	8.555	11.386	1.402
	2.895	8.523	11.418	
20050403	2.865	8.497	11.362	1.353
	2.826	8.518	11.344	

3 讨论

样品前处理时,对不同超声处理时间进行了比较,结果表明超声处理 30 分钟已提取完全,因此确定超声提取时间为 30 分钟。

《中国药典》2005 年版一部穿心莲药材含量测定项下穿心莲内酯检测波长为 225 nm,脱水穿心莲内酯为检测波长 254 nm,考虑到 225 nm 靠近末端吸收,干扰较大,故选择 254 nm 作为本品检测波长。

(收稿日期:2009-04-20 责任编辑:曹征)