

1.1 mg,制备供试品溶液,测定,结果平均回收率为 97.2%,RSD 为 1.1%。

2.9 样品测定:分别吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μ L,按上述色谱条件测定,外标一点法计算脱水穿心莲内酯的质量分数,结果见表 1。

表 1 清火栀麦胶囊中脱水穿心莲内酯的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Results of dehydroandrographolide in Qinghuo Zhimai Capsules ($n=3$)

批号	脱水穿心莲内酯/($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	RSD/%
040403	6.606 7	0.1
040802	6.296 7	0.4
050413	6.111 3	0.9

3 讨论

3.1 提取溶剂的选择:根据脱水穿心莲内酯的性质,供试品溶液分别采用 50%甲醇、50%乙醇、70%乙醇提取,结果表明,用 70%乙醇提取效果最好。

3.2 提取方式的选择:比较了供试品用 70%乙醇冷浸 1 h 和冷浸 1 h 后再超过 30 min 两种提取方式对测定结果的影响,结果以后者为佳。

3.3 分离纯化方式的选择:笔者曾尝试本品的 70%乙醇提取液直接注入液相色谱仪,但发现溶液颜色较深,杂质峰极多,对色谱柱损坏较大,故对样品进行过中性氧化铝柱处理,效果较好。

3.4 脱水穿心莲内酯在光的作用下易水解,故供试品溶液和对照品溶液宜放置暗处。

玄通胶囊中哈巴俄苷的 HPLC 测定

耿莹莹¹, 阙慧卿², 师 怡*, 许 晖¹, 邓思珊², 林 媛^{2**}

(1. 福建省药品检验所,福建 福州 350001; 2. 福建省医学科学研究所,福建 福州 350001)

玄通胶囊以玄参为君药,用于热病伤阴、津伤便秘、目赤、咽痛等症,对热病所致的大便稠厚效果显著。哈巴俄苷(harpagoside,又名玄生苷、钩果草苷)为玄参的特征性成分。文献报道哈巴俄苷具有抗慢性炎症、降压、镇痛、解痉、抗乙肝病毒以及免疫促进作用,且其与滋阴功效密切相关。因此本实验对玄通胶囊中哈巴俄苷进行测定,作为玄通胶囊的质量控制方法。

1 仪器与试药

Hewle 77 PACKARD Gevies 1100 型高效液相色谱仪。

甲醇、乙腈为色谱纯,水为纯化水,其余试剂均为分析纯。哈巴俄苷对照品购自中国药品生物制品检定所(批号 111730-200501),玄通胶囊由福建省医学科学研究所研制。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[1,2]:色谱柱:Kromasil C₁₈ 色谱柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m);流动相:甲醇-乙腈-1%醋酸水溶液(15:25:60);检测波长:280 nm;体积流量:1 mL/min。色谱图见图 1。

2.2 对照溶液的制备:精密称定哈巴俄苷对照品 4.0 mg,置 100 mL 量瓶中,加 50%甲醇适量溶解,

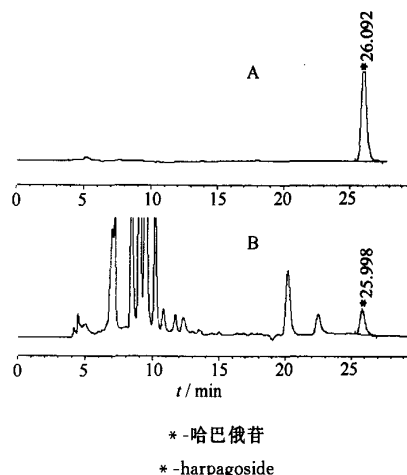


图 1 哈巴俄苷对照品(A)和玄通胶囊(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of harpagoside reference substance (A) and Xuantong Capsules (B)

定容,摇匀,用微孔滤膜滤过,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备:称取玄通胶囊内容物约 10 g,用 80%乙醇水浴加热回流 2 h,共 2 次(乙醇用量第 1 次 150 mL,第 2 次 100 mL)。合并两次提取液,滤过,回收乙醇至干。残渣加蒸馏水适量定容至 100 mL,定量转移至分液漏斗。用醋酸乙酯振摇萃

取 5 次,前 3 次每次 50 mL,后 2 次每次 40 mL。合并醋酸乙酯提取液,回收醋酸乙酯,蒸干。15 g 氧化铝脱色,150 mL 甲醇-醋酸乙酯(2:3)洗脱,回收溶剂。残渣加 50% 甲醇溶解定容至 20 mL 量瓶,摇匀,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,精密吸取滤液 0.5 mL,用 50% 甲醇定容至 10 mL 量瓶,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,作为供试品溶液。

2.4 线性关系考察:精密吸取哈巴俄苷对照品溶液 0.25、0.50、1.50、2.50、3.50、4.50 mL 以 50% 甲醇分别定容于 10 mL 量瓶中,精密进样 20 μL ,测定峰面积。以进样量(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标绘制标准曲线,经线性回归,得回归方程 $Y=338.89X-29.064$, $r=0.9994$,结果表明哈巴俄苷在 1~18 $\mu\text{g/mL}$ 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验:取同一份玄参胶囊供试品溶液,照上述色谱条件,精密进样 20 μL ,连续重复进样 6 次,测定哈巴俄苷峰面积,计算得其 RSD 为 0.42%。

2.6 稳定性试验:吸取同一份玄参胶囊供试品溶液分别于 0、2、4、6、8、10 h 进样 20 μL ,测定哈巴俄苷峰面积,计算得其 RSD 为 1.71%,表明供试品溶液在 10 h 内稳定。

2.7 重现性试验:取同一批玄通胶囊各 5 份,制备各供试品液,按上述色谱条件进行测定,求得哈巴俄苷的平均质量分数为 99.54 $\mu\text{g/g}$,RSD 为 0.46%。

2.8 回收率试验:准确称取已测知哈巴俄苷质量分数的玄参胶囊内容物 6 份,各 0.5 g,分别按 120%、100%、80% 水平加入哈巴俄苷对照品制备供试品溶

液,进样测定,结果平均回收率为 97.08%,RSD 为 0.84%。

2.9 样品测定:取 5 批玄通胶囊制备供试品溶液,依法进样,测定,按外标法计算,结果见表 1。

表 1 玄通胶囊中哈巴俄苷的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of harpagoside in Xuantong Capsules ($n=3$)

编号	哈巴俄苷/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	RSD/%
1	99.944	2.81
2	104.580	2.85
3	99.880	2.76
4	118.450	2.80
5	145.520	2.79

3 讨论

有报道玄参中哈巴俄苷的提取以甲醇-水(30:70)超声提取 30 min 为宜,但根据本法回收率结果,用 80% 乙醇回流提取,提取效果好,且操作更为简便。

洗脱剂中甲醇和醋酸乙酯的比例和用量要适当,避免哈巴俄苷洗脱不完全。样品要用 50% 甲醇水溶液定容。若用甲醇定容,大量絮状物无法沉淀下来,干扰高效液相色谱的测定。

哈巴俄苷是糖苷,易吸潮,因此哈巴俄苷对照品要密封保存,需要时现配。

References:

- [1] Wang J H, Xie L H, Liu H Y, et al. HPLC Determination of harpagoside and cinnamic acid in Xuanshen after processed in different methods [J]. *Chin Pharm J* (中国药杂志), 2000, 35 (6): 375-378.
- [2] Cai S Q, Xie L H, Wang J H, et al. HPLC Determination of harpagoside and cinnamic acid in *Raidx Scrophulariae* [L]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2000, 20 (3): 191-194.

RP-HPLC 法测定花生仁、花生油和葡萄干中白藜芦醇

刘宏胜¹, 王金环¹, 徐新女¹, 王淑杰¹, 祁建滨¹, 卜国云¹, 刘洪利²

(1. 天津市第一中心医院, 天津 300192; 2. 天津市药科中等专业学校, 天津 300400)

白藜芦醇的化学名为芪三酚(3, 5, 4-trihydroxystilbene)。研究表明,白藜芦醇具有抗菌、抗炎、抗过敏、抗血栓作用,明显的抗氧化、抗自由基作用,对冠心病、高血脂的防治作用,抗癌、抗诱变的作用以及抑制肿瘤的产生。花生仁、花生油和葡萄干为常用食物,富含白藜芦醇,对人们的健康非常重要。因此本研究采用 RP-HPLC 法测定花生仁、花生

油和葡萄干中白藜芦醇。

1 仪器与材料

Agilent 1100 高效液相色谱仪,化学工作站; CX-250 超声波清洗器; 909 型电热干燥箱; AE240S 电子分析天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司)。

乙腈为色谱纯,水为四蒸水,甲醇为分析纯;白