

高效液相色谱法测定宽肠理气汤中松果菊苷和毛蕊花糖苷

张 岩

(天津医科大学总医院 药剂科, 天津 300052)

摘要:目的 建立高效液相色谱法测定宽肠理气汤中松果菊苷及毛蕊花糖苷的方法。方法 采用高效液相色谱法, 色谱柱为 Agilent C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-1%冰醋酸进行梯度洗脱, 柱温为 40 ℃, 体积流量为 1.0 mL/min, 检测波长为 334 nm。结果 松果菊苷平均回收率 98.78%, RSD 为 0.90%; 毛蕊花糖苷平均回收率为 99.39%, RSD 为 1.75%; 结论 本方法简便、可靠、重现性较好, 可用于宽肠理气汤中松果菊苷及毛蕊花糖苷的测定。

关键词:宽肠理气汤; 松果菊苷; 毛蕊花糖苷; 高效液相色谱

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2010)12-1994-02

宽肠理气汤为我院协定处方, 内含肉苁蓉、郁李仁、木香、乌药、陈皮等中药, 具有活络通血、顺气宽肠的作用, 用于活血、顺气, 恢复肠蠕动, 通便通气解除肠麻痹, 使病人早日进食, 尽快康复^[1], 多用于外科术前体检和术后排气, 预防肠梗阻、肠粘连。君药肉苁蓉是列当科肉苁蓉属植物肉苁蓉的干燥带鳞叶肉质茎^[2], 苯乙醇苷类成分为肉苁蓉的有效成分, 除具有补肾壮阳功效外, 更兼具有抗衰老、增强记忆、提高免疫力等多种功能^[3]。松果菊苷和毛蕊花糖苷为苯乙醇苷类成分中的指标性成分^[4]。肉苁蓉生药和商品药材中松果菊苷和毛蕊花糖苷进行的 HPLC 法测定的报道较多^[5-7], 但复方制剂中对上述两种成分同时进行测定的报道较少。本研究以松果菊苷与毛蕊花糖苷为考察指标, 建立的 HPLC 法测定宽肠理气汤中有效成分, 为制定质量标准奠定基础。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-2010CHT 高效液相色谱仪, LC-solution 工作站。乙腈为色谱纯, 由天津市康科技发展有限公司提供, 水为去离子水, 其余试剂均为分析纯; 松果菊苷 (批号 111670-200503)、毛蕊花糖苷 (批号 111530-200303) 对照品均购于中国药品生物制品检定所; 宽肠理气汤样品由天津医科大学总医院提供 (批号 20080506、20080607、20080508, 规格 200 mL/袋)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 Agilent C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-1%冰醋酸进行梯度洗脱, 柱温为 40 ℃, 体积流量为 1.0 mL/min, 检测

波长为 334 nm。

2.2 标准曲线的绘制: 精密称取松果菊苷对照品适量, 加 50% 甲醇制成 0.3236 mg/mL 的储备液。分别精密吸取对照品储备液 0.25、0.5、2.5、5、10 mL 置 10 mL 量瓶中, 用 50% 甲醇稀释至刻度。分别精密吸取对照品溶液 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定峰面积。以进样量为横坐标, 色谱峰面积为纵坐标, 得回归方程 $Y = -793.98 + 1 \times 10^6 X$, $r = 0.9999$ 。结果表明松果菊苷在 0.0809~3.236 μg 与峰面积线性关系良好。

精密称取毛蕊花糖苷对照品适量, 加 50% 甲醇制成 0.22 mg/mL 的储备液。分别精密吸取对照品储备液 0.25、0.5、1.5、10 mL 置 10 mL 量瓶中, 用 50% 甲醇稀释至刻度。分别精密吸取对照品溶液 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定峰面积。以进样量为横坐标, 色谱峰面积为纵坐标, 得回归方程 $Y = -3632.8 + 2 \times 10^6 X$, $r = 0.9999$ 。结果表明毛蕊花糖苷在 0.055~2.2 μg 与峰面积线性关系良好。

2.3 供试品溶液的制备: 取宽肠理气汤样品, 4 000 r/min 离心 15 min, 去除沉淀部分, 取上清液, 用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 阴性样品溶液的制备: 按处方取除肉苁蓉的各味药材, 按供试品溶液的制备方法制得阴性样品溶液。

2.5 精密度试验: 取同一宽肠理气汤 (批号 20080506) 供试品溶液, 连续进样 6 次, 测定松果菊苷和毛蕊花糖苷的峰面积, 结果松果菊苷与毛蕊花糖苷峰面积的 RSD 分别为 1.04%、2.58%。

收稿日期: 2010-06-08

作者简介: 张 岩 (1964—), 男, 河北省沧县人, 主管药师, 1998 年毕业于天津中医学院, 从事中药成分测定、临床应用及剂型改革。

E-mail: guanyh12345678@sina.com

2.6 重现性试验: 取同一批宽肠理气汤(批号 20080506)样品, 按供试品溶液的制备方法平行制备 6 份供试品溶液, 注入液相色谱仪, 记录峰面积。结果样品中松果菊苷平均质量浓度为 65.0831 $\mu\text{g}/\text{mL}$, RSD 为 1.11%; 毛蕊花糖苷平均质量浓度为 23.0988 $\mu\text{g}/\text{mL}$, RSD 为 1.52%。

2.7 稳定性试验: 取同一批宽肠理气汤(批号 20080506)制得的供试品溶液, 分别在 0、2、4、8、12 h 进样, 记录峰面积, 结果在本实验条件下松果菊苷和毛蕊花糖苷在 12 h 内稳定, 松果菊苷与毛蕊花糖苷峰面积值的 RSD 分别为 1.53%、1.65%。

2.8 加样回收率试验: 取批号 20080506 宽肠理气汤样品, 精密量取 25 mL, 置 50 mL 量瓶中, 共 6 份, 分别精密加入 0.1618 mg/mL 松果菊苷对照品

溶液 10 mL 及 0.11 mg/mL 毛蕊花糖苷对照品溶液 5 mL, 制备供试品溶液, 测定, 计算回收率, 结果松果菊苷平均回收率为 98.78%, RSD 为 0.9%; 毛蕊花糖苷平均回收率为 99.39%, RSD 为 1.75%。

2.9 样品的测定: 取 3 个批号的宽肠理气汤水煎液各 2 份, 按供试品溶液制备方法操作, 以平均峰面积计算松果菊苷和毛蕊花糖苷的质量浓度, 结果见表 1, 图谱见图 1。

表 1 宽肠理气汤中松果菊苷和毛蕊花糖苷的测定结果 ($n=2$)

Table 1 Determination of echinacoside and verbasicoside in Kuanchang Liqi Decoction ($n=2$)

| 批号 | 松果菊苷/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$ | 毛蕊花糖苷/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$ |
|----------|--|---|
| 20080506 | 65.0391 | 23.2716 |
| 20080507 | 65.2959 | 22.9802 |
| 20080508 | 65.0739 | 22.9831 |

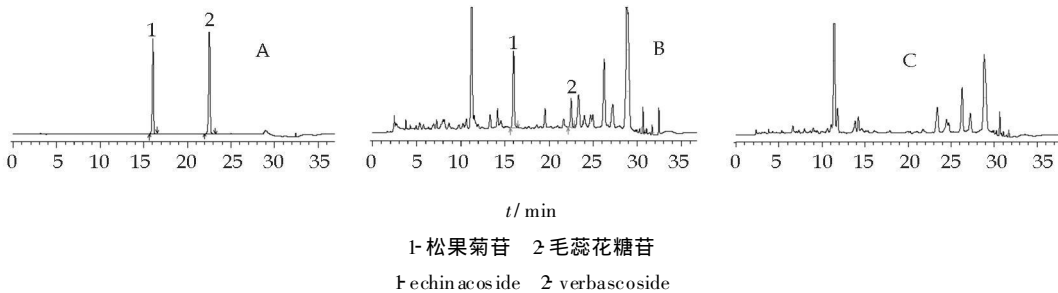


图 1 对照品(A)、宽肠理气汤(B)、缺肉苁蓉的阴性样品(C)的 HPLC 图谱

Fig 1 HPLC Chromatograms of reference substances (A), Kuanchang Liqi Decoction (B), and negative sample without *Cistanches Herba* (C)

3 讨论

本实验利用 HPLC 法测定宽肠理气汤中松果菊苷和毛蕊花糖苷, 该法灵敏度高、重现性好、结果准确、方便易行, 适用于宽肠理气汤中松果菊苷及毛蕊花糖苷的测定。

参考文献:

[1] 徐红欣, 田发琳. 宽肠理气汤保留灌肠治疗术后腹胀肠麻痹 80 例[J]. 黑龙江医学, 1999(10): 79-80
 [2] 中国药典[S]. 一部. 2005

[3] 雷丽, 宋志宏, 屠鹏飞. 肉苁蓉属植物的化学成分研究进展[J]. 中草药, 2003, 34(5): 473-476
 [4] 屠鹏飞, 张正高. 肉苁蓉类生药中苯乙醇甙类成分的 RP-HPLC[J]. 药学学报, 1997, 32(4): 294-296
 [5] 张思臣, 刘丽, 于泳泳, 等. HPLC 同时测定肉苁蓉药材中松果菊苷和毛蕊花糖苷含量[J]. 中国药学杂志, 2004, 39(10): 740-741
 [6] 蔡鸿, 鲍忠, 姜勇, 等. 不同产地管花肉苁蓉中有效成分的定量分析[J]. 中草药, 2007, 38(3): 452-455
 [7] 王长林, 屠鹏飞, 郭玉梅. 人工栽培管花肉苁蓉的化学成分分析[J]. 中草药, 2004, 35(6): 676

HPLC 法测定复方儿茶止泻膜剂中儿茶素、表儿茶素和没食子酸

赵新峰, 毛莹, 高明*

(大连大学医学院, 辽宁 大连 116622)

摘要: 目的 建立 HPLC 法同时测定复方儿茶止泻膜剂中儿茶素、表儿茶素和没食子酸 3 个成分的方法。方法 色谱柱为 Hypersil ODS(250 mm \times 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈 50 mmol/L 磷酸二氢钾(8:92), 体积流量为 1.0

收稿日期: 2010-06-02

基金项目: 大连市科技局资助项目(2008E11SF171)

作者简介: 赵新峰, 男, 山东人, 药物分析学博士, 主要从事药品质量控制研究。

Tel: (0411) 87403735 E-mail: zhaoxinfengwy@126.com

* 通讯作者 高明 Tel: (0411) 87402361 E-mail: gm056@126.com