

HPLC 法测定心脑血管泰滴丸中紫丁香苷

杨书良, 赵 威, 杨 波, 徐 林

哈尔滨商业大学 药学院, 黑龙江 哈尔滨 150076

摘 要: 目的 建立高效液相色谱法测定心脑血管泰滴丸中紫丁香苷的方法。方法 采用岛津 ODS C₁₈ 色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm), 以甲醇-水-1.5%醋酸(18:80:2)为流动相, 体积流量 1 mL/min, 柱温室温, 检测波长 265 nm。结果 心脑血管泰滴丸中紫丁香苷不低于 0.014 mg/丸。结论 此方法稳定、可行, 可以作为心脑血管泰滴丸的质量控制方法。

关键词: 心脑血管泰滴丸; 紫丁香苷; 刺五加; HPLC

中图分类号: R286.0 文献标志码: A 文章编号: 1674-5515(2011)03-0230-02

Determination of syringin in Xinnaotai Dropping Pills by HPLC

YANG Shu-liang, ZHAO Wei, YANG Bo, XU Lin

School of Pharmacy, Harbin University of Commerce, Harbin 150076, China

Abstract: Objective To establish an HPLC method for determination of syringin in Xinnaotai Dropping Pills. **Methods** HPLC method was used. ODS C₁₈ column (150 mm × 4.6 mm, 5 μm) was used. The mobile phase was methanol-water-1.5% acetate acid (18:80:2). The flow rate was 1.0 mL/min with the column temperature at room temperature. The detection wavelength was 265 nm. **Results** The content of syringin in one pill was not less 0.014 mg. **Conclusion** The method is stable and feasible and can be used to control the quality of Xinnaotai Dropping Pills.

Key words: Xinnaotai Dropping Pills; syringin; *Acanthopanax Senticosus* (Rupr. et Maxim.) Harms; HPLC

心脑血管泰滴丸由刺五加浸膏、人参茎叶总皂苷及银杏叶提取物组成。刺五加、人参茎叶及银杏叶对心脑血管疾病均具有很好的疗效^[1-6]。笔者以心脑血管泰滴丸中刺五加的主要有效成分紫丁香苷为考察指标, 进行了测定^[7-8], 为控制心脑血管泰滴丸的质量提供依据。

1 仪器及试剂

1.1 仪器

DIONEX 高效液相色谱仪、UVD340U 二极管阵列检测器、ASI-100 自动进样器(戴安中国有限技术服务中心); 分析天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司); AS3120A 型超声波清洗器。

1.2 药品与试剂

紫丁香苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 111574-200201); 心脑血管泰滴丸(本实验室自制, 规格为 50 mg/丸); 色谱纯甲醇(山东禹王实业有限公司)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为岛津公司 ODS C₁₈ 柱(150 mm×4.6

mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水-1.5%醋酸(18:80:2), 柱温为室温; 检测波长 265 nm; 体积流量 1 mL/min。

2.2 溶液的制备

2.2.1 供试品溶液的制备 取心脑血管泰滴丸 20 丸, 精密称定, 研细, 置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇 5 mL, 精密称定, 超声波处理 2 h, 精密称定, 补足质量, 静置, 取上清液, 用 0.22 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.2.2 对照品溶液的制备 取紫丁香苷对照品 0.8 mg, 精密称定, 置 10 mL 量瓶中, 以甲醇超声溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 即得质量浓度为 0.08 mg/mL 对照品溶液。

2.2.3 阴性对照溶液的制备 将除去刺五加之外的药物按滴丸制备工艺制成阴性对照, 按供试品溶液的制备方法制成不含刺五加的阴性对照溶液。

2.3 线性关系的考察

精密吸取紫丁香苷对照品溶液 2、4、6、8、10 μL, 分别注入高效液相色谱仪中, 测定其峰面积积分值。以质量浓度为横坐标, 相应峰面积积分值为纵坐标, 绘制标准曲线, 其回归方程为: $Y=28.234$

收稿日期: 2010-12-14

作者简介: 杨书良, 男, 山东牟平县人, 教授, 研究方向为中药化学与中药质量标准。Tel: 13936436783 E-mail: yangshl808@sina.com

$X=0.1467$, $r=0.9999$ 。结果表明,紫丁香苷在 $0.16\sim 0.80\ \mu\text{g}$ 与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 空白试验

取阴性对照溶液 $10\ \mu\text{L}$,注入色谱仪。结果图谱中在与紫丁香苷色谱峰保留时间一致的位置上无色谱峰。表明此条件下其他化合物对紫丁香苷的测定无干扰。色谱图见图 1。

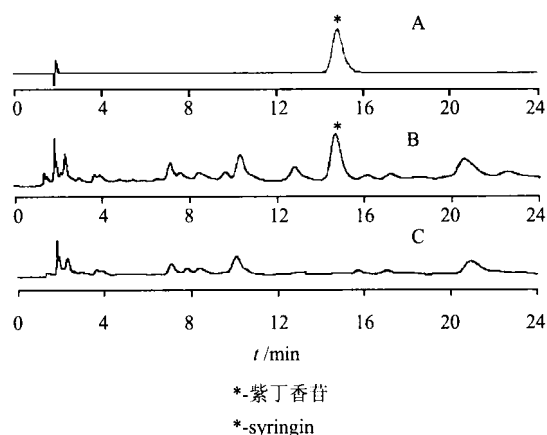


图 1 紫丁香苷对照品 (A)、心脑泰滴丸 (B) 和阴性对照品 (C) 的 HPLC 图

Fig.1 HPLC chromatograms of syringin reference substance (A), Xinnaotai Dropping Pills (B), and negative sample (C)

2.5 精密度试验

精密吸取紫丁香苷对照品溶液 ($0.08\ \text{mg/mL}$) $10\ \mu\text{L}$,连续进样 6 次,计算得紫丁香苷峰面积积分值 RSD 为 1.7%。

2.6 重现性试验

取同一批心脑泰滴丸样品 (批号 20091002) 6 份,每份 20 丸,制备供试品溶液,进样测定,计算心脑泰滴丸中紫丁香苷的量。结果紫丁香苷为 $0.0148\ \text{mg/丸}$,RSD 为 1.8%。

2.7 稳定性试验

取同一样品溶液 (批号 20091002),分别于 0、2、4、6、8、12 h 进样,计算得紫丁香苷峰面积积分值 RSD 为 1.1%,表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.8 加样回收率试验

取含紫丁香苷 $0.0148\ \text{mg/丸}$ 的心脑泰滴丸 10 丸 (批号 20091002),精密加入 $0.15\ \text{mg}$ 紫丁香苷对照品,制备供试品溶液,平行制备 6 份,测定,计算,结果平均回收率为 102.94%,RSD 为 1.7%。

2.9 样品测定

分别精密吸取供试品溶液、对照品溶液各 $10\ \mu\text{L}$,注入液相色谱仪,测定峰面积积分值,结果见表 1。根据测定结果,心脑泰滴丸中紫丁香苷的量应不低于 $0.014\ \text{mg/丸}$ 。

表 1 心脑泰滴丸中紫丁香苷的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of syringin in Xinnaotai

Dropping Pills ($n=3$)		
批号	紫丁香苷/($\text{mg}\cdot\text{丸}^{-1}$)	RSD/%
20091001	0.0150	0.14
20091002	0.0146	1.70
20091003	0.0142	0.77

3 讨论

文献报道^[9]在 $190\sim 400\ \text{nm}$ 波长下扫描,紫丁香苷在 222、265 nm 处有特征吸收。本实验显示紫丁香苷在 265 nm 处峰形较好,其他成分在该波长处无干扰,可作为检测波长。

实验过程中考察了回流提取和超声波提取 2 种方法,结果显示超声波提取法更能充分地提取紫丁香苷,且测定更准确、可靠。

参考文献

- [1] 丁玉兰. 刺五加注射液治疗脑梗死的初步观察 [J]. 中国医院药学杂志, 2002, 22(1): 41.
- [2] 黎阳, 张铁军, 刘素香. 等. 人参化学成分和药理研究进展 [J]. 中草药, 2009, 40(1): 164-附 2.
- [3] 张秋华, 孙文静, 鞠宝兆. 人参茎叶皂苷对小鼠脑老化的实验研究 [J]. 中成药, 2003, 25(3): 216-219.
- [4] 唐泽耀, 唐田田, 付雷. 等. 人参茎叶皂苷对实验性小鼠心电改变及死亡时间的影响 [J]. 实验动物科学, 2009, 26(4): 4-7.
- [5] 程慧, 宋新波, 张丽娟. 人参皂苷 Rg_3 与 Rh_2 的研究进展 [J]. 药物评价研究, 2010, 33(4): 307-311.
- [6] 徐艳芬, 张丽娟, 宋新波. 银杏叶提取物的研究进展 [J]. 药物评价研究, 2010, 33(6): 452-456.
- [7] 杨书良, 杨波, 田凤. 等. 大孔吸附树脂富集刺五加中紫丁香苷和刺五加总苷的研究 [J]. 中草药, 2008, 39(9): 1327-1330.
- [8] 张崇禧, 张莹莹, 田蕊. 等. HPLC 测定不同产地刺五加中紫丁香苷的含量 [J]. 中成药, 2008, 30(11): 1648-1651.
- [9] 国家医药管理局中草药情报中心站. 植物药有效成分手册 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1986: 1013.