

HPLC 法测定参茸健脾胶囊中 10-羟基-2-癸烯酸

王加斌^{1*}, 卢敏², 陈保汉²

1 浙江海力生制药有限公司, 浙江 舟山 316021

2 浙江永宁药业股份有限公司, 浙江 台州 318020

摘要 目的: 建立参茸健脾胶囊中 10-羟基-2-癸烯酸的 HPLC 测定方法。方法: 采用 Agilent 1100 DAD 高效液相色谱仪, Agilent Extend C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 乙腈-0.1%磷酸 (23:77) 为流动相, 检测波长为 207 nm, 流速 1 mL/min。结果: 10-羟基-2-癸烯酸在 0.035 4~0.424 3 μg 范围内线性关系良好 ($r=0.999\ 5$), 平均回收率为 100.6%, RSD=1.9%。结论: 该法简便、快速、准确, 适用于参茸健脾胶囊中 10-羟基-2-癸烯酸的定量测定, 有利于控制参茸健脾胶囊的质量。

关键词 10-羟基-2-癸烯酸; HPLC; 参茸健脾胶囊

中图分类号: R927.2 TQ460.72 文献标志码: A 文章编号: 1674-6376(2009)02-0107-03

Determination of 10-hydroxy-2-decenoic acid in Shenrong Jianpi Capsula by HPLC

WANG Jia-bin¹, LU Min², CHEN Bao-han²

1 Zhejiang Hailisheng Pharmaceutical Co.,Ltd, Zhoushan 316021, Zhejiang, China;

2 Zhejiang Yongning Pharmaceutical Co.,Ltd, Taizhou 318020, Zhejiang, China

Abstract Objective: To establish an HPLC method for simultaneous determination of 10-hydroxy-2-decenoic acid in Shenrong Jianpi Capsula. **Methods:** The HPLC was conducted on discovery Agilent Extend C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) with acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (23:77) as the mobile phase. The detection wavelength was 207 nm, and flow rate was 1 mL/min. **Results:** There were a good linear relationship of 10-hydroxy-2-decenoic acid within 0.035 4—0.424 3 μg ($r = 0.999\ 5$). The average recovery rate was 100.6%, RSD was 1.9%. **Conclusion:** The method is simple, rapid and accurate for the determination of 10-hydroxy-2-decenoic acid in Shenrong Jianpi Capsula, and it is expected for the quality control of Shenrong Jianpi Capsula.

Key words 10-hydroxy-2-decenoic acid; HPLC; Shenrong Jianpi Capsula

参茸健脾胶囊由人参、王浆冻干粉等组成, 具有补血益气健脾功效。10-羟基-2-癸烯酸 (10-HDA) 是王浆中特有的成分, 为王浆的主要活性成分之一。为有效控制参茸健脾胶囊的质量, 本文建立了测定该制剂中 10-羟基-2-癸烯酸的 HPLC 法。

1 仪器与试剂

Agilent1100 DAD 液相色谱仪, Agilent 1100 检测器; 岛津 UV-260 紫外分光光度计。

10-羟基-2-癸烯酸 (批号 110307-200805, 供含量测定用) 由中国药品生物制品检定所提供。乙腈为色谱纯, 其余为分析纯。样品由试验室自制 (批

号: 20090501、20090502、20090503)。

2 测定方法及结果

2.1 色谱条件

色谱柱 Agilent Extend C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 乙腈-0.1%磷酸 (23:77) 为流动相; 检测波长为 207 nm; 流速 1 mL/min。在此条件下能得到较好分离 (见图 1)。

2.2 对照品溶液及供试品溶液制备

2.2.1 对照品溶液的制备

精密称取以五氧化二磷为干燥剂减压干燥 24 h 的 10-羟基-2-癸烯酸对照品适量, 加甲醇制成

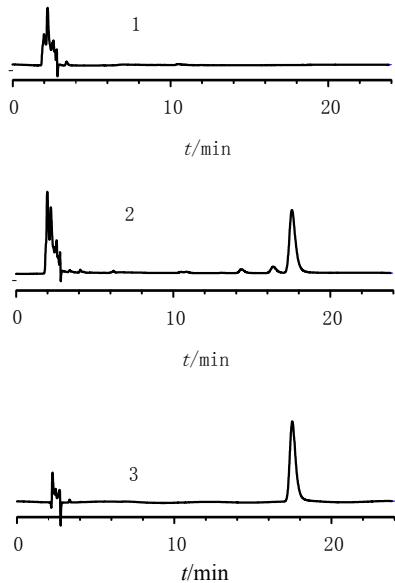
收稿日期: 2009-07-14

作者简介: 王加斌, 男, 高级工程师, 主要从事中药新药研究。Tel:0580-2085568, (0) 13506806803, E-Mail: king6296@hotmail.com

35 μg/mL 的溶液，即得。

2.2.2 供试品溶液的制备

取装量差异项下的内容物约 0.05 g，精密称定，置 25 mL 量瓶中，加甲醇适量，超声处理 30 min，放至室温，加甲醇至刻度，摇匀，用微孔滤膜（0.45 μm）滤过，即得。



1-缺王浆冻干粉样品；2-参茸健脾胶囊；3-10-羟基-2-癸烯酸对照品
1-negative sample without Lyophilized Royal Jelly; 2-Shenrong Jianpi Capsula;3- 10-hydroxy-2-decenoic acid

图 1 参茸健脾胶囊 HPLC 色谱图

Fig.1 HPLC chromatogram of Shenrong Jianpi Capsula

2.2.3 测定方法

分别精密吸取对照品与供试品溶液各 10 μL，

注入液相色谱仪，测定，即得。

2.3 空白试验

取缺王浆冻干粉样品按供试品制备法制备，并取适量注入液相色谱仪，结果显示在 10-羟基-2-癸烯酸相同保留时间处无吸收峰。

2.4 线性关系考察

精密量取 10-羟基-2-癸烯酸（35.36 μg/mL）1、2、4、6、8、10、12 μL 注入液相色谱仪，测定峰面积，进行线性回归得回归方程： $Y=3.2266X-12.5043$ ， $r=0.9999$ ，显示进样量在 35.4~424.3 ng 有良好的线性关系。

2.5 精密度

取对照品溶液，按以上色谱条件，重复进样 6 次，测定峰面积，结果 RSD=0.4%（n=6）。

2.6 稳定性

取供试品溶液，按以上色谱条件，每隔一定时间进样 1 针，测定峰面积，结果 RSD=2.0%（n=6），显示样品至少在 29 h 内稳定。

2.7 重现性

取同一批号样品（20090501）6 份，分别精密称定，按上述方法测定峰面积并计算 10-羟基-2-癸烯酸的量（mg/g），结果 RSD 为 0.8%（n=6）。

2.8 回收率

精密称定已测定样品（批号 20090501）6 份，精密加入 10-羟基-2-癸烯酸对照品适量，按上述方法测得峰面积并计算含量，结果显示平均回收率为 100.6%，RSD=1.9%，见表 1。

表 1 10-羟基-2-癸烯酸回收率试验结果

Table 1 Test results for recovery rate of 10-hydroxy-2-decenoic acid

编号	样品中含量 / mg	加入量 / mg	测得量 / mg	回收率 / %	平均回收率 / %	RSD / %
1	0.209	0.1768	0.389	102.0	100.6	1.92
2	0.186	0.1768	0.358	97.5		
3	0.201	0.1768	0.378	100.2		
4	0.202	0.1768	0.383	102.2		
5	0.199	0.1768	0.378	101.3		
6	0.207	0.1768	0.388	102.3		

2.9 样品测定

按上述方法测定三批样品，结果见表 2。

3 讨论

3.1 由于 10-羟基-2-癸烯酸易溶于甲醇，因此采用甲醇作溶剂进行提取比较，经比较加甲醇直接超

声处理 15 min、30 min、60 min，10-羟基-2-癸烯酸的含量的分别为 6.210、7.161、7.160 mg/g，结果显示，超声提取 30 min 10-羟基-2-癸烯酸即已溶解完全。

3.2 目前测定 10-羟基-2-癸烯酸的方法有酶联

表2 样品测定结果
Table 2 Determination of samples

批号	10-羟基-2-癸烯酸	
20090501	7.15 (mg/g)	2.25 (mg/粒)
20090502	7.25 (mg/g)	2.42 (mg/粒)
20090503	7.26 (mg/g)	2.33 (mg/粒)

免疫法^[1]、毛细管色谱法^[2]、高效液相色谱法^[3-7]。前面两种方法存在着费时、成本高的缺点,所以本文采用高效液相色谱法对参茸健脾胶囊中 10-羟基-2-癸烯酸的量进行测定,该法简便、快速、准确,有利于控制参茸健脾胶囊的质量。

参考文献:

[1] 潘荣生,李平,李素琴. ELISA 测定蜂王浆中 10-羟基-2-癸烯酸[J]. 畜牧与兽医, 2001, 23(4):4-8

- [2] 孙保国,姚昌莉,侯鹏亮. 胶束电动毛细管色谱法测定蜂王浆及制品中的 10-羟基-2-癸烯酸[J]. 药物分析杂志, 1998, (5):32
- [3] 徐玉玲,刘涛. RP-HPLC 测定蜂珍咀嚼片中 10-羟基-2-癸烯酸的含量 [J]. 中国中药杂志, 2005, 30(4):307-308.
- [4] 马琨,杜丹. 保健食品中 10-羟基-2-癸烯酸的高效液相色谱测定法 [J]. 预防医学情报杂志, 2005, 21(3): 368.
- [5] 赵亚华. 蜂王浆中 10-羟基-2-癸烯酸的快速测定[J]. 中国公共卫生, 2004, (10):11.
- [6] 刘放,黄卫平,戴惠芳. 蜂王浆及制剂中 10-羟基-2-癸烯酸测定方法的进展 [J]. 中国养蜂, 1999, 50(5):19-21.
- [7] 金光日,洪海. 参芪王浆养血口服液 10-羟基-2-癸烯酸(10-HAD)的含量测定 [J]. 长春中医药大学学报, 2007, 5(23):32-33

天津中草药杂志社开通网上在线投稿系统

天津中草药杂志社编辑出版的 4 种期刊《中草药》、Chinese Herbal Medicines、《现代药物与临床》(原刊名《国外医药·植物药分册》)、《药物评价研究》(原刊名《中文科技资料目录·中草药》)为提高稿件处理效率,更好地为广大读者和作者服务,从 2010 年 1 月开始中草药杂志社开通网上在线投稿系统。

1. 在线投稿请登录天津中草药杂志社网站: <http://www.中草药杂志社.中国或www.tipress.com> 点击进入 4 刊网页,在页面左侧有“在线投稿”链接,第一次登录按操作说明注册后进行在线投稿;作者可通过点击“作者登录”进行稿件查询。

2. 原则上不再采用电子邮件、纸质投稿。

在此,对广大读者、作者和编委对本社期刊长期以来的关心和支持表示深深的感谢!

天津中草药杂志社