

等限制,难以进行大批量样品分析。目前多数作者采用薄层光密度扫描法测定中药制剂中的牛磺酸<sup>[2,3]</sup>。

本文采用薄层光密度测定法测定人血中牛磺酸的含量,操作方法简便,成本低,线性关系好,准确性好,灵敏度可达 40 ng,精密度高,重现性好,平均回收率为 98.97%,较适合于大批量样品分析研究,可用作体内药代动力学研究中牛磺酸的检测。

在实验中我们发现,在含有牛磺酸的血浆中加

入少量 10% 磺基水杨酸,沉淀血浆中的蛋白,然后进行层析可得较理想的结果

参考文献:

- [1] 岳旺,张士善.牛磺酸的药理研究进展[J].药学通报,1984,19(3):42-44.
- [2] 唐盈.牛磺酸的薄层光密度测定法[J].医药工业,1987,18(7):321-322.
- [3] 刘伟华.薄层扫描法测定中药口服液体中牛磺酸的含量[J].中国实验方剂学杂志,1996,2(6):42-43.

## 吸附小柱 高效液相色谱法测定五味沙棘散中栀子苷的含量

刘峰群,韩晋,袁海龙,张新全,崔燕,肖小河,蔡光明,贺承山\*

(解放军第 302 医院药学部,北京 100039)

**摘要:**目的 测定复方中药制剂五味沙棘散中的栀子苷。方法 大孔吸附树脂预处理样品,高效液相色谱法测定。结果 栀子苷峰面积积分值与进样量(0.13~1.30 μg)呈良好的线性关系,回归方程为:  $Y=1562.8085X+39.9776$ ,  $r=0.9997$ ; 加样回收率 98.27%,  $RSD$  1.10%。结论 大孔吸附树脂小柱富集中药复方制剂中的栀子苷,可排除其它成分对高效液相色谱的干扰。

**关键词:** 大孔吸附树脂; 高效液相色谱法; 五味沙棘散; 栀子苷

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)03-0218-02

### Determination of gardenoside in WUWEISHAJI POWDER by mini adsorption column-HPLC

LIU Feng-qun, HAN Jin, YUAN Hai-long, ZHANG Xin-quan, CUI Yan,

XIAO Xiao-he, CAI Guang-ming, HE Cheng-shan

(Department of Pharmacy, No. 302 Hospital of PLA, Beijing 100039, China)

**Key words** macroporous adsorption resin; HPLC; WUWEISHAJI POWDER; gardenoside

\* WUWEISHAJI POWDER is a Chinese herbal recipe of powder.

五味沙棘散系蒙古族验方,由沙棘膏、木香、白葡萄干、甘草、栀子等多味药材经粉碎后制成的散剂,具有清热祛痰、止咳定喘等功能,用于慢性支气管炎、肺热久嗽、喘促痰多、胸中满闷、胸肋作痛,收载于《中华人民共和国药典》2000年版。方中栀子具有泻火除烦、清热利尿、凉血解毒等作用,其所含主要成分为栀子苷,本文研究其含量测定作为控制质量的一项指标。

#### 1 仪器、材料与试剂

大孔吸附树脂 DA-101,天津农药厂提供,粒度 20~60 目,干树脂比表面积  $\geq 400 \text{ m}^2/\text{g}$ ; 高效液相色谱仪: 惠普 HP 1100 系统,紫外检测器; 栀子苷对

照品(中国药品生物制品检定所提供); 甲醇(色谱纯); 超纯水; 五味沙棘散(本院制剂室自制)。

#### 2 吸附小柱制备与色谱条件

2.1 吸附小柱制备: 选取 40~60 目大孔吸附树脂适量, 95% 乙醇浸泡 24 h, 湿法装入 5 mL 酸式滴定管内, 装量以树脂沉降后上沿至滴定管刻度 3.0 mL 处为宜。以 95% 乙醇冲洗至洗脱液加等体积水不浑无色为至, 改以足量水冲洗至洗脱液不含乙醇, 备用。

2.2 色谱条件: Kromasil C<sub>18</sub> 分析柱 (5 μm, 4.6 mm × 250 mm); 流动相 甲醇-水 (35: 65); 流速 1.0 mL/min, 检测波长 240 nm; 柱温: 30 °C。

\* 收稿日期: 2000-03-17

作者简介: 刘峰群(1965-),男,江苏泰兴人。1986年毕业于中国人民解放军第二军医大学,医学学士学位。现为解放军第三〇二医院药学部副主任药师。长期从事抗肝病中药新药的研究与开发,负责制剂工艺与药物分析工作。通讯地址:北京市丰台区 26号,100039 电话: 010-66933230 E-mail: snaketop@263.net

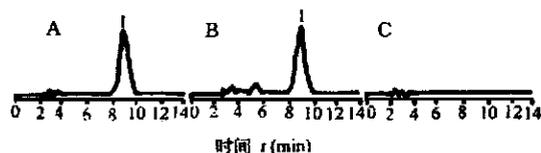
### 3 实验方法

3.1 对照品溶液的制备:精密称取栀子苷对照品 13.0 mg,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀;精密量取 0.5 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,制成 65 μg/mL 的对照品溶液。

3.2 样品溶液的制备:取五味沙棘散约 2.0 g,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加水至刻度,密塞,称定重量,超声提取 1 h,放冷,用水补足减失的重量,摇匀,滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液 2.5 mL,加入大孔吸附树脂小柱,以足量水洗脱至洗脱液无色,改用 50% 乙醇洗脱,收集前 10 mL 洗脱液定容于 10 mL 容量瓶内,摇匀,作为样品溶液。

3.3 空白溶液的制备:按处方比例及制备方法,制备不含栀子药材的阴性样品,再按 3.2 项样品溶液的制备方法制备空白溶液。

3.4 测定:分别精密吸取对照品溶液、样品溶液及空白溶液各 10 μL,按上述色谱条件测定,结果空白溶液在栀子苷峰处无干扰 见图 1



A 栀子苷对照品 B 样品溶液 C 空白溶液 1 栀子苷峰

图 1 HPLC 色谱图

3.5 线性关系考察:分别取 3.1 项下对照品溶液 2.0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 μL 进样,按上述色谱条件测定峰面积。以峰面积积分为纵坐标,对照品进样量为横坐标绘制标准曲线,得回归方程为:  $Y = 1.562\ 808\ 5X + 39.977\ 6$ ,  $r = 0.999\ 7$  表明栀子苷进样量在 0.13~ 1.30 μg 线性关系良好。

3.6 精密度试验:准确吸取对照品溶液 10 μL,重复进样 6 次,栀子苷峰面积积分值的 RSD 分别为 1.12%。

3.7 精密度试验:精密称取批号为 991020 的样品,测定 5 次,外标一点法计算栀子苷的含量,结果平均为 2.112 6 mg/g, RSD 为 1.91% ( $n = 5$ )。

3.8 稳定性试验:取对照品溶液在 0, 0.5, 1, 2, 4 h 分别进样 10 μL,记录峰面积,结果 4 次进样栀子苷峰面积积分值的 RSD 为 1.53%,对照品溶液在 4 h 内较稳定。

3.9 加样回收率:取已测定含量的样品(批号 991020)约 1.60 g,精密称定,加入 1.3 mg/mL 对照品溶液 0.5 mL,按 3.2 项制备样品溶液并测定,计算回收率,结果回收率为 98.27%, RSD = 1.10% ( $n = 6$ )。

3.10 样品测定:精密吸取样品溶液 10 μL,按上述色谱条件测定。4 批样品中栀子苷的含量测定结果见表 1

表 1 4 批样品栀子苷含量测定结果 (mg/g)

样品批号	测得量	平均含量
990615	2.035 2	
990810	1.986 6	
991020	2.120 8	2.043 2
000308	2.030 0	

### 4 讨论

4.1 文献<sup>[1-3]</sup> HPLC 法测定栀子苷的含量一般采用甲醇提取液直接进样,但本方中富含糖、植物蛋白、有机酸等,对色谱结果的干扰较大。应用大孔吸附树脂富集制剂中有效成分,结合其它方法鉴别和进行含量测定可控制中药制剂质量<sup>[4]</sup>。本文研究建立的大孔吸附树脂小柱高效液相色谱法测定五味沙棘散中栀子苷含量,操作步骤少,色谱柱污染小,柱压低,分离度、专属性及重现性好,灵敏度高。

4.2 乙醇浓度增大,对栀子苷的洗脱能力也相应增强,但洗脱液同时也含有大量其它脂溶性成分,同样对色谱产生一定干扰。本文采用 50% 乙醇洗脱,制得的样品溶液主要含环烯醚萜苷类成分,空白溶液色谱几乎无吸收。

4.3 五味沙棘散为复方中药制剂,本研究对样品的超声提取溶剂进行了考察,结果表明以甲醇-水超声 1 h 提取含量测定值几乎无差异。考虑到甲醇提取液装载到吸附小柱时需挥干甲醇后再用水溶解,故选用水超声 1 h 提取。此外,超声提取液装载到吸附小柱前亦可不过滤,但洗脱液不易通过,需对吸附小柱进行加压或减压操作。

#### 参考文献:

[1] 黄新生.反相高效液相色谱法测定龙胆泻肝丸中栀子苷的含量[J].中国中药杂志,1998,23(11):674-676.  
 [2] 王钢力,赵淑杰,陈德昌.RP-HPLC 测定大黄栀子中环烯醚萜苷类的含量[J].中国中药杂志,1999,24(10):616.  
 [3] 董玉懿,章观德,相乐和彦,等.栀子及其制剂中环烯醚萜类的高压液相色谱分析[J].中国中药杂志,1989,14(4):228-230.  
 [4] 刘峰群,肖小河,史成和,等.大孔吸附树脂在药物分离中的应用[J].中国医院药学杂志,2000,20(3):166-167.