

在本实验条件下,绿原酸的保留时间为 15.7 min左右,分离效果好,达到基线分离,且在 25 min内即可分离完毕。若流动相选用乙腈-0.4%磷酸溶液(13:87)<sup>[2]</sup>,绿原酸的保留时间在 7 min左右,但样品主峰与其相邻峰达不到良好的分离

本方法简便、准确,样品不需要经过前处理,直

接加入 50% 甲醇定容即可测定。本方法可以作为小儿咳喘灵口服液的质量控制检测方法

## References

- [1] *Drug Specification Promulgated by the Ministry of Public Health, P. R. China - Preparation of Chinese Patent Medicine* (中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂) [S]. VolIV. 1991.
- [2] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. VolII .

# HPLC法测定好利康中白藜芦醇的含量

贾淑杰,曲树明,张 蓉,王振立\*

(天津市医药科学研究所,天津 300070)

白藜芦醇(resveratrol)是一种天然活性成分,目前至少已在 21科 31个属的 72种植物中发现它的存在,常见的药用植物如决明、藜芦、虎杖等,水果如葡萄中也含有白藜芦醇。其具有抗癌、降压、调血脂、抑制花生四烯酸、APP、Ca<sup>2+</sup>诱导的兔血小板聚集和血栓素 B<sub>2</sub>(TXB<sub>2</sub>)的产生,也具有抗细菌和抗真菌作用,在心血管疾病和癌症的防治上具有良好的应用前景<sup>[1]</sup>。功能食品好利康用于心脑血管的保健,其主要成分为白藜芦醇。随着功能食品逐渐被人们接受,其内在质量控制变得十分必要。本实验参考有关文献<sup>[2]</sup>,采用 HPLC法对功能食品好利康中白藜芦醇进行了含量测定,其结果准确度高、重现性好、操作性强,可用于该产品的质量控制

## 1 仪器与试剂

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪,SPD-10Avp 紫外检测器,C-R8A 积分仪;AE-240 电子分析天平(瑞士梅特勒)。白藜芦醇对照品(由上海医科大学天然药物室提供,含量测定用,纯度 98.2%)。水为重蒸馏水,乙腈、甲醇为色谱纯。

## 2 方法及结果

2.1 色谱条件:色谱柱: Hypersil ODS 柱(250 mm× 4.6 mm, 5 $\mu$ m);流动相:乙腈-水(35:65);检测波长:306 nm;柱温:室温;流速:0.6 mL/min。理论塔板数以白藜芦醇峰计不低于 2 500

2.2 标准曲线的制备:精密称取白藜芦醇对照品约 5 mg,置 100 mL 棕色量瓶中,加无水甲醇,溶解并稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取此溶液 1, 2, 3, 4, 5 mL,置 25 mL 棕色量瓶中,用流动相稀释至刻度,

摇匀,进样 10 $\mu$ L。以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标绘制标准曲线。结果表明,峰面积和浓度呈良好线性关系,回归方程为  $Y = 5.4735 \times 10^5 X - 3.0487$ ,  $r = 0.9996$ 。线性范围为 0.02~0.1 $\mu$ g

2.3 样品溶液的制备:取好利康 0.35 g,精密称定,置 50 mL 具塞三角瓶中,加 10 mL 水浸泡 2 h,滤过,滤液加乙酸乙酯萃取 2 次,每次 10 mL,合并萃取液;滤渣加乙酸乙酯 20 mL,浸泡 2 h,滤过,得滤液。合并以上溶液,精密吸取 20 mL 减压回收乙酸乙酯,加无水甲醇溶解于 10 mL 棕色量瓶中,以流动相定容至刻度,摇匀,过滤,即得。

2.4 精密度考察:取同一供试品,按上述色谱条件连续进样 5 次,分别进样 10 $\mu$ L,测得白藜芦醇峰面积的 RSD 为 0.32% ( $n = 5$ )。

2.5 稳定性考察:取同一供试品,按样品制备方法制成供试品液,于 0.5, 1, 2, 4, 8, 16 h 分别进样 10 $\mu$ L,测得白藜芦醇峰面积,其 RSD 为 0.46% ( $n = 5$ )。

2.6 重现性的考察:取批号 210601 样品,按样品制备方法制备成供试液,平行制备 5 份,分别进样 10 $\mu$ L,得白藜芦醇的峰面积的 RSD 为 0.98% ( $n = 5$ )。

2.7 回收率测定:在已知含量样品溶液中,精密加入白藜芦醇对照品溶液(约为已知样品含量的 80%, 100%, 120%),配成供试品液。再分别按上述色谱条件测定含量,计算回收率。结果平均回收率为 98.06%, RSD 为 1.98% ( $n = 6$ )。

2.8 样品测定:将不同批号的样品按样品制备方法制成供试品溶液,将供试品及对照品分别进样 10 $\mu$ L,记录峰面积,按外标法计算含量。结果见表 1 色

\* 收稿日期:2002-10-29

作者简介:贾淑杰(1964-),女,主管技师,1986年毕业于天津医科大学药系,主要从事中药和天然药物及其制剂的成分分析。

谱图见图 1

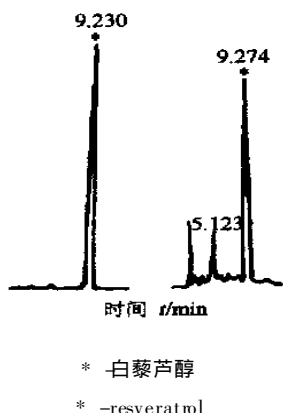


图 1 白藜芦醇对照品 (A) 和好利康 (B) 的 HPLC 图谱  
Fig. 1 HPLC chromatograms of resveratrol reference substance (A) and Haolikang (B)

表 1 好利康中白藜芦醇的含量测定结果 (n=5)

Table 1 Content of resveratrol in Haolikang (n=5)

批号	白藜芦醇含量 / (mg · g <sup>-1</sup> )	RSD %
210612	7.504 4	1.7
210620	7.486 2	1.9
210623	7.519 8	1.6

### 3 讨论

白藜芦醇丰富的自然资源和优良的活性越来越被人们所认识,因此控制其含量非常重要。本方法简便、快捷、准确,适用于测定药品、食品、饮料中的白藜芦醇的含量。

### References

- [1] Zhao X, Lu Y, Chen Z N. Progress on chemical study and pharmacological effects of resveratrol [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1998, 29(12): 837-839.
- [2] Han J, Cai G M. Determination of resveratrol in Compound Hu Zhang Pill by RP-HPLC [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 1996, 31(12): 754.

## HPLC法测定紫草及其制剂紫金油中左旋紫草素的含量

孟宪生, 沙明, 曹爱民, 张东方\*  
(辽宁中医学院 中药系, 辽宁 沈阳 110032)

紫草为紫草科植物新疆紫草 *Arnebia euchroma* (Royle) Johnston, 紫草 *Lithospermum erythrorhizon* Sieb. et Zucc. 的根。该药具有凉血活血、解毒透疹之功,用于血热毒盛、斑疹紫黑、麻疹不透、疮疡、湿疹、水火烫伤<sup>[1]</sup>。紫草类中药的主要化学成分为萘醌类色素<sup>[2]</sup>。《中华人民共和国药典》2000年版一部采用分光光度法测定紫草总色素的含量,由于缺乏专属性,有待于进一步改进。本实验采用 HPLC法对紫草及其成药紫金油中左旋紫草素进行含量检测,经多种流动相系统筛选,最终确定本实验规定的色谱条件,左旋紫草素与其他萘醌类成分色谱峰得以完全分离,方法简单、快速、准确,为控制紫草的内在质量提供了可靠的方法。

### 1 仪器与试药

LC-6A 高效液相色谱仪 (日本岛津), SPD-6AV 可见紫外检测器, C-R3A 色谱数据处理机, SOL-6A 自动进样品。

左旋紫草素对照品由中国药品生物制品检定所提供。甲醇为色谱纯。紫草药材于 1998 年购于沈阳市药材市场,经辽宁中医学院中药系鉴定教研室徐

连城教授鉴定为新疆紫草的根。紫金油由大连蛇毒开发企业集团提供。

### 2 方法结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Shim-pack CLC-ODS 柱 (6.0 mm × 150 mm); 流动相: 甲醇-0.025 mol/L 磷酸 (85:15); 柱温: 25 °C; 流速: 1.0 mL/min, 测定 15 min 后改为 1.5 mL/min; 测定波长: 515 nm; 纸速: 0.3 cm/min<sup>[2]</sup>。色谱图见图 1。

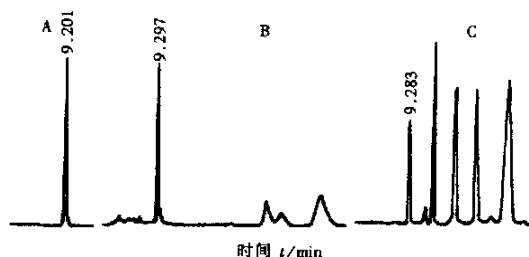


图 1 左旋紫草素对照品 (A)、紫金油 (B) 和紫草药材 (C) 的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of shikonin (A), Zijin Oil (B) and *A. euchroma* crude drug (C)

### 2.2 溶液的配制