

选 280 nm 作为酸枣仁皂苷 A 的检测波长。本法简便、快速、分离度好,适合安神胶囊中酸枣仁皂苷 A 的定量分析。

References

[1] Zhan X F. Determination of jujuboside A in seed of spine date

(*Ziziphus jujuba*) by the first derivative-UV spectrophotometry [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1993, 24 (10): 525-526.

[2] Luo D, Dai Q, Guan M Y. Determination of jujuboside A, B in Anshen Capsule by TLC [J]. *West China J Pharm Sci* (华西药理学杂志), 1999, 14 (3): 397-398.

HPLC法测定强力宁片中异秦皮啶的含量

潘海峰¹,李云霞^{2*}

(1. 承德医学院中药研究所,河北 承德 067000 2. 承德颈复康药业集团有限公司,河北 承德 067000)

强力宁片是承德颈复康药业集团的主要产品之一,是由刺五加和枸杞子组成的中药复方制剂,具有补中益精、抗疲劳、抗衰老等功效。临床用于体乏无力、失眠健忘、精神怠倦、过度疲劳、腰膝酸软、脾肾阳虚、食欲不振等症^[1]。刺五加是处方的君药,其中异秦皮啶是刺五加的特异性成分和主要活性成分之一。测定异秦皮啶含量的方法较多,如薄层扫描法^[2]、高效液相色谱法^[3,4]。本实验采用 HPLC 法测定强力宁片中异秦皮啶的含量,方法准确、简便、重现性好。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10ATvp 高效液相色谱仪,瑞士产梅特勒 AG-245 型电子分析天平, LG10-2.4A 高速离心机。

异秦皮啶对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号 0387-9701,供含量测定用);强力宁片由承德颈复康药业集团提供;乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Hypersil C₁₈ Hb (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.02% 甲酸 (50:450); 柱温: 室温; 检测波长: 344 nm; 流速: 0.8 mL/min; 进样量: 10 μL。理论塔板数按异秦皮啶峰计不低于 4 600。色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液的制备: 取异秦皮啶对照品 4 mg, 精密称定,置 100 mL 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度。用移液管精密量取 1, 2, 4, 6, 8, 10 mL, 置 10 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,备用。

2.3 供试品溶液及阴性对照溶液的制备: 取本品去

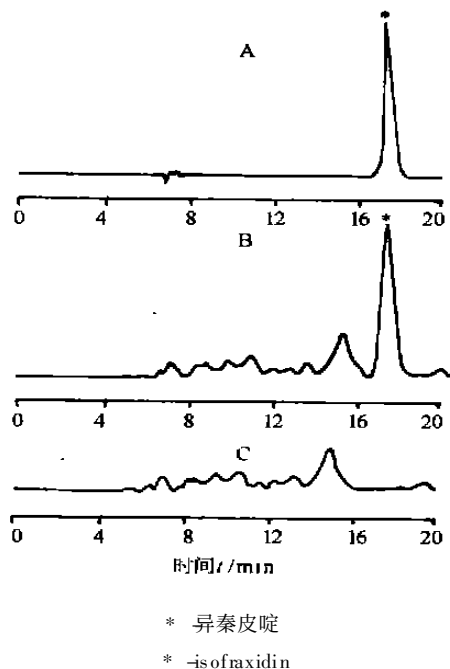


图 1 异秦皮啶对照品 (A)、强力宁片供试品 (B) 和阴性对照 (C) 的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of isofraxidin reference substance (A), Qianglingning Tablet (B), and negative sample (C)

糖衣,研细,取细粉约 0.5 g,精密称定,加氯仿 50 mL,超声提取 45 min,滤过,滤渣用 20 mL 氯仿冲洗,减压浓缩后用甲醇溶解,并定容至 25 mL 量瓶中,离心,取上清液作为供试品溶液。同法制得缺刺五加的阴性对照溶液。

2.4 线性关系的考察: 精密吸取异秦皮啶对照品溶液各 10 μL,注入色谱仪中,依法测定。以峰面积为纵坐标,异秦皮啶的量为横坐标,绘制标准曲线。得

* 收稿日期: 2003-05-12

作者简介: 潘海峰 (1967-),女,河北省承德市人,承德医学院副主任医师,医学硕士,主要从事中药制剂、分析及中药新药研究。

Tel (0314) 2064592-8348 Fax: (0314) 2069594

回归方程: $Y=5\,708\,662X-22\,727$, $r=0.999\,8$ 结果表明异秦皮啶在 $0.040\,8\sim 0.408\,0\mu\text{g}$ 与峰面积线性关系良好。

2.5 精密密度试验:精密吸取同一份 0.024 mg/mL 异秦皮啶对照品溶液 $10\mu\text{L}$,连续进样 6次,测定异秦皮啶峰面积,结果其 RSD为 0.89% ($n=6$)

2.6 重现性试验:精密称取同一批号(批号 20000102)样品 5份,按上述方法制成供试品溶液,分别进样,测定异秦皮啶峰面积,结果其 RSD为 2.4% ($n=5$)

2.7 稳定性试验:取同一份 0.024 mg/mL 异秦皮啶对照品溶液,放置 0,1,2,3,4,5,6,7,8 h后测定异秦皮啶峰面积,结果其 RSD为 1.46% ($n=9$)

2.8 回收率试验:取同一批号(批号 20000102)样品 5份适量,精密加入 0.4 mg/mL 异秦皮啶对照品溶液 1.0 mL ,制备供试品溶液,分别进样测定,计算回收率。结果平均回收率为 100.6% , RSD为 2.89% ($n=5$)

2.9 样品测定:取 10个批号的样品依 2.3项下方法制成供试品溶液,精密吸取供试品溶液和对照品溶液各 $10\mu\text{L}$ 注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定峰面积,按外标法计算异秦皮啶的含量,结果见表 1

3 讨论

3.1 异秦皮啶即 7-羟基-6,8-二甲氧基香豆素,其本身具有一定的升华性。因此,本实验在对样品处理过程中,温度尽可能低,将误差减少至最小。

表 1 强力宁片中异秦皮啶的含量测定结果 ($n=3$)

Table 1 Isofraxidin in Qianglingling Tablet ($n=3$)			
批号	异秦皮啶含量 ($\text{mg}\cdot\text{片}^{-1}$)	批号	异秦皮啶含量 ($\text{mg}\cdot\text{片}^{-1}$)
20000101	0.245	20000106	0.243
20000102	0.224	20000107	0.235
20000103	0.216	20000108	0.210
20000104	0.258	20000109	0.232
20000105	0.205	20000110	0.229

3.2 本实验分别对提取溶剂(甲醇、氯仿、乙醚)提取方式(索氏提取、超声提取)和提取时间(15,30,45,60 min)进行优选,结果用氯仿作溶剂,超声提取 45 min效果最佳。

3.3 本实验以甲酸作为扫尾剂,比较了加入不同浓度的甲酸(0.01% , 0.02% , 0.03% , 0.1% , 0.5% , 1%)对色谱峰形的影响。结果当甲酸浓度为 0.02% 和 0.03% 时,得到了峰形很好的色谱峰,以后随着甲酸浓度的再增加,色谱峰形没有太大改变,为保护色谱柱,延长其使用寿命,使用 0.02% 甲酸。

References

[1] *Drug Specifications Promulgated by the Ministry of Health, P. R. China* (中华人民共和国卫生部药品标准) [S]. WS3-B-2052-95. 1995.
[2] Wang J M, Wang H P, Song J *et al.* Determination of isofraxidin in Limian Oral Liquid by TLC scanning [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form* (中国实验方剂学杂志), 1996, 2(4): 5-6.
[3] Zhao X J, Wang L M, Zhang M, *et al.* Determination of isofraxidin in Ciwujia extract by HPLC [J]. *Chin J Food Health* (中国食品卫生杂志), 1998, 10(5): 16-17.
[4] Qiao F, Zhao Q B, Lu S Q, *et al.* Determination of isofraxidin in Ciwujia preparation by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2000, 20(3): 168-169.

HPLC法分离与检测 20(S)-人参皂苷 Rg₃ 和 20(R)-人参皂苷 Rg₃

汤明辉^{1,2},姜志宏²,赵中振²,张钧寿^{1*}

(1. 中国药科大学 药剂教研室,江苏 南京 210009; 2. 香港浸会大学中医药学院,香港)

20(R)-人参皂苷 Rg₃ 是我国 21 世纪批准的第一个中药单体新药,拥有完全自主知识产权。实验与临床研究表明,人参皂苷 Rg₃ 具有抑制肿瘤细胞的增殖、浸润,对抗肿瘤细胞的转移,促进肿瘤细胞凋亡,提高机体免疫能力等作用^[1]。目前对于 20(S)-人参皂苷 Rg₃ 和 20(R)-人参皂苷 Rg₃ 的抗肿瘤作用和两种构型的效价差别,尚没有进行系统的比较和研究。因此,能同时检测和分离 20(S)-人参皂苷

Rg₃ 和 20(R)-人参皂苷 Rg₃ 的分析方法,对保证和稳定药品的质量具有重要意义。通过反复的试验和摸索,本实验建立了 HPLC 法梯度洗脱分离样品中的 20(S)-人参皂苷 Rg₃ 和 20(R)-人参皂苷 Rg₃,同时以二极管阵列检测器定量测定其含量。

1 仪器与试剂

Hewlett Packard Agilent 1100 HPLC 系统,含在线真空脱气机,高压四元梯度泵,二极管阵列检测

* 收稿日期: 2003-05-07