

HPLC 法测定心安胶囊中金丝桃苷

王守愚, 英锡相

(辽宁中医学院, 辽宁 沈阳 110032)

心安胶囊为山楂叶提取物制成的制剂, 收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第3册, 扩张冠状血管、改善心肌供血量、降低血脂, 用于治疗冠心病、心绞痛、胸闷心悸、高血压等。测定心安胶囊中总黄酮, 方法误差较大。因此本实验采用高效液相色谱法测定金丝桃苷, 作为控制心安胶囊的质量标准。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC—10A VP 系列高效液相色谱仪, SPD—10A VP 可见紫外检测器、UV—265FW 自记式分光光度计, 金丝桃苷对照品(自制, 质量分数为 98.79%)。心安胶囊(抚顺市清源制药厂)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 天津凯德 ODS 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 柱温: 25 ℃; 体积流量: 1 mL/min; 流动相: 甲醇-0.2 mol/L 磷酸水溶液(45:55); 检测波长: 360 nm。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取金丝桃苷对照品 5.65 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇超声溶解, 稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 心安胶囊 20 粒, 取内容物, 混匀, 精密称取内容物 0.12 g, 加甲醇 100 mL, 超声提取 50 min, 滤过, 滤液置 50 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 线性范围考察: 精密称取金丝桃苷对照品 1.13 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇超声溶解, 稀释至刻度, 摇匀, 制成 0.113 mg/mL 对照品溶液。精密吸取对照品溶液 2、4、6、8、10 μL 注入高效液相色谱仪中, 按上述色谱条件测定。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 112\,795.973\,5X - 1\,736.3$, $r = 0.999\,1$, 结果表明: 金丝桃苷的质量在 0.226~1.13 μg 与峰面积线性关系良好。

2.5 精密度试验: 精密吸取供试品溶液, 进样, 每次 5 μL, 连续进样 5 次, 测定金丝桃苷面积, 结果其 RSD 为 1.6%。

2.6 重现性试验: 取心安胶囊(批号: 040501) 5 份, 制备供试品溶液, 进样, 测定峰面积, 计算得金丝桃苷的质量分数为 10.0 mg/g, RSD 为 2.3%。

2.7 稳定性试验: 取供试品溶液于 0、2、4、6、8 h 进样, 测定峰面积, 结果金丝桃苷峰面积的 RSD 为 2.2%。

2.8 回收率试验: 精密称取心安胶囊样品(批号 040501, 10.0 mg/g) 60 mg, 加入金丝桃苷对照品溶液(0.113 mg/mL) 6.0 mL, 制备供试品溶液, 进样, 测定, 计算得平均回收率为 99.2%, RSD 为 1.6% ($n=5$)。

2.9 样品测定: 取心安胶囊内容物制备供试品溶液, 精密吸取供试品溶液 15 μL, 对照品溶液 4 μL 分别进样, 结果见表 1, 色谱图见图 1。

表 1 心安胶囊中金丝桃苷的测定结果
Table 1 Hyperoside in Xin'an Capsule

批号	金丝桃苷/(mg·粒 ⁻¹)	批号	金丝桃苷/(mg·粒 ⁻¹)
040501	2.86	040504	2.88
040502	2.83	040505	2.82
040503	2.82		

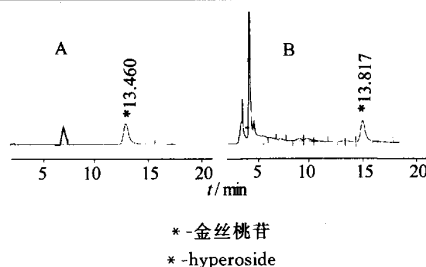


图 1 金丝桃苷对照品(A)和心安胶囊(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of hyperoside reference substance (A) and Xin'an Capsule (B)

3 讨论

本实验通过测定金丝桃苷, 使金丝桃苷色谱峰与其他色谱峰完全达到基线分离。采用 HPLC 法测定心安胶囊中金丝桃苷, 是较为理想的测定方法, 使山楂叶提取物标准化及心安胶囊质量标准改进提高成为可能。

收稿日期: 2004-08-13

作者简介: 王守愚(1950—), 男, 辽宁沈阳人, 副教授, 从事中药剂型现代化和中药质量标准化研究。

Tel: (024) 86537846 E-mail: wangshouyul@163.com