

HPLC 法测定康寿灵合剂中红景天苷

刘洪玲, 孙向红, 孙 伟*

(青岛大学医学院附属医院, 山东 青岛 266003)

康寿灵合剂是由红景天、制首乌、黄芪、灵芝等 9 味中药组成的复方制剂, 具有补气益肾、健脑安神、活血化痰等作用, 临床上主要用于治疗神经衰弱、失眠、健忘、乏力等。方中主药红景天具有滋补强壮、抗衰老、抗疲劳的作用, 可延缓肌体衰老、防止老年疾病^[1,2]。红景天苷(salidroside)是其主要成分之一, 对中枢神经系统、内分泌系统和物质代谢均有作用。为有效的控制该产品的质量, 本实验根据红景天苷的分子结构与光谱特点, 建立了 HPLC 法测定产品中的红景天苷定量方法。

1 仪器与试剂

美国 Waters 公司 2690 型高效液相色谱仪; Millennium³² 数据处理系统; Waters 474 荧光检测器; 美国 Millipore 公司超纯水制备仪; METTLER AE240 型电子天平; KQ-300DE 型医用超声波清洗器。

红景天苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 0818-200103); 康寿灵合剂由青岛大学医学院附属医院制剂室提供; 康寿灵处方药材由该院中药房提供, 经青岛市药品检验所中药鉴定室吴爱英主任药师鉴定; 甲醇为色谱纯, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 分析柱为依利特 Hypersil C₁₈ 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相为水-甲醇 (70:30); 体积流量为 1.0 mL/min; 柱温 25 °C; 荧光检测波长: λ_{EX} = 220 nm, λ_{EM} = 315 nm^[3]。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取红景天苷对照品 2.37 mg, 置于 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 混匀, 即得质量浓度为 0.237 mg/mL 的对照品溶液, 使用时按所需比例稀释。

2.3 供试品溶液的制备: 精密吸取康寿灵药液 10 mL 于蒸发皿中烘干, 残渣加甲醇适量溶解, 超声提取 10 min, 微孔滤膜滤过, 移置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度^[4]。

2.4 阴性对照溶液的制备: 按处方比例, 称取除红景天外的其他药材, 照康寿灵药液的制备工艺和供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。

2.5 干扰试验: 照上述色谱条件, 分别吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照品溶液进样 10 μL 测定, 结果供试品溶液色谱中, 在对照品色谱相应的位置上, 有相同保留时间的色谱峰, 阴性对照色谱在此保留时间无干扰, 证明本法可行。见图 1。

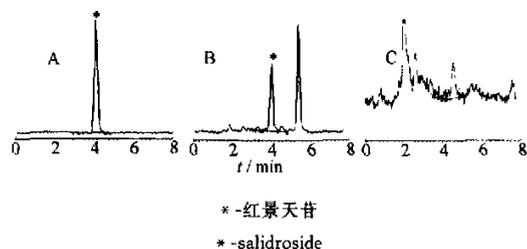


图 1 红景天苷对照品(A)、康寿灵(B)和缺红景天的阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of salidroside reference substance (A), Kangshouling (B), and negative sample (C)

2.6 线性关系考察: 精密吸取红景天苷对照品溶液 0.1、0.2、0.5、1、2 mL, 分别置于 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 混匀。取以上溶液 10 μL 进样测定。结果红景天苷峰面积(Y)与进样质量浓度(X)有良好线性关系, 回归方程 $Y = 174\ 187.403 X + 310\ 396.634$, $r = 0.999\ 6$, 线性范围为 2.37~47.4 μg/mL。

2.7 精密密度试验: 精密量取 23.7 μg/mL 红景天苷对照品溶液 10 μL 注入高效液相色谱仪, 连续进样 6 次, 按上述条件测定峰面积, 结果红景天苷峰面积 RSD 为 0.91%。

2.8 稳定性试验: 取同一康寿灵供试品溶液于 0、2、4、6、8、12、24、48 h 进样 10 μL 进行测定, 结果红景天苷峰面积 RSD 为 0.34% (n=8)。表明供试品溶液在 48 h 内稳定。

收稿日期: 2005-10-24

作者简介: 刘洪玲(1972—), 女, 山东省潍坊市人, 现在青岛大学医学院附属医院药剂科工作, 主管药师, 硕士学位, 长期从事中药制剂、门诊调剂工作。Tel: (0532) 82911232 13370803798 E-mail: lhl3798@126.com

* 通讯作者 孙 伟 Tel: (0532) 82911599 E-mail: sunwei@medmail.com.cn

2.9 重现性试验:取同一批康寿灵合剂(批号 040625),按供试品溶液制备方法分别平行制备 6 份供试品溶液,进样测定,以外标法计算,结果红景天苷的质量浓度为 25.234 $\mu\text{g}/\text{mL}$,RSD 为 0.93%。

2.10 加样回收率试验:精密量取康寿灵药液(批号 040625)5 份,每份 5 mL,分别精密加入 23.7 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 红景天苷对照品溶液 5 mL,制备供试品溶液,依法进行测定,结果红景天苷的平均回收率为 99.3%,RSD 为 1.62% ($n=5$)。

2.11 样品测定:将不同批号的康寿灵样品制成供试品溶液,分别进样 10 μL ,记录峰面积,按外标法计算,结果见表 1。

3 讨论

以往文献报道,红景天苷的测定多用高效液相-紫外检测法,干扰成分较多。本实验采用高效液相-荧光检测器对红景天苷进行检测,调整流动相的比例为水-甲醇(70:30),在此色谱条件下,样品色谱图中红景天苷显示良好的分离,减少了复杂成分的

干扰,基线平稳,提高了分析的准确度。

表 1 康寿灵中红景天苷的测定结果 ($n=5$)

Table 1 Salidroside in Kangshouling ($n=5$)

批号	红景天苷/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$
031012	24.759
031115	26.105
040417	24.137
040625	25.234
040624	23.752

References:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1999.
- [2] Kurkin V A. The chemical composition and pharmacological properties of *Rhodiola* plants [J]. *Pharm Chem J (Engl Transl)*, 1986, 20 (10): 1231-1233.
- [3] Xue K S, Wang Y Z. Determination of salidroside by HPLC with fluorescence detection [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2003, 23 (5): 333-334.
- [4] Cao Q Y, Zhang S B, Wang H D. Study of quality standard of Hongjingtian Ding [J]. *Chin Arch Tradit Chin Med* (中医药学刊), 2004, 22 (1): 192-193.

HPLC 法测定小儿感冒颗粒中靛蓝

熊印华¹, 曹玉秀¹, 王晶², 张文惠*, 易剑峰¹

(1. 江西中医学院, 江西 南昌 330006; 2. 军事医学科学院放射与辐射医学研究所, 北京 100850)

小儿感冒颗粒是《中国药典》2005 年版一部收录的中成药,由广藿香、菊花、大青叶、板蓝根等 10 味中药组成,具有疏风解表、清热解毒之功效,用于小儿感冒所致的发热重、头痛、咽喉肿痛。但现行质量标准没有制定定量测定项目。为了更好的控制药品的质量,本实验选择小儿感冒颗粒中大青叶与板蓝根共有的有效成分靛蓝作为指标。靛蓝测定的文献报道有薄层扫描法^[1]、紫外分光光度法^[2]、高效液相色谱法^[3,4]。本实验采用高效液相法测定靛蓝,并对测定方法进行了研究,为进一步完善其质量标准提供参考依据。

1 仪器与试剂

Waters2695 高效液相色谱仪, Waters 2996 PDA 检测器, Empower 色谱工作站。

小儿感冒颗粒由北京同仁堂生产,靛蓝对照品由中国药品生物制品检定所提供。甲醇为色谱纯,水

为市售纯净水,氯仿、醋酸为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:Agilent Zorbax SB-C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-0.1%醋酸(65:55);体积流量:1.0 mL/min;柱温:常温;检测波长:286 nm。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取 2 mg 靛蓝对照品,置 50 mL 量瓶中,加氯仿使溶解并稀释至刻度,摇匀。精密吸取 2 mL,置于 10 mL 量瓶中,加氯仿稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3 供试品溶液制备:取本品,研细,精密称取 1 g,置于圆底烧瓶,加入 20 mL 氯仿,回流提取 2 h,滤过,回收氯仿。用氯仿溶解残渣,滤置 10 mL 量瓶中,定容至刻度,备用。

2.4 阴性对照品溶液的制备:除大青叶、板蓝根外,按本方工艺制备样品,照供试品溶液的制备方法处

收稿日期:2005-10-26

作者简介:熊印华(1979—),男,江西中医学院 2003 级硕士研究生,主要从事药物分析。

* 通讯作者 张文惠 Tel: (0791) 7137978 E-mail: zhangWHZ@sohu.com