

RP-HPLC 测定三普红景天 胶囊中红景天甙

胡凤祖 邵云 师治贤

(中国科学院西北高原生物研究所, 西宁, 810001)

摘 要

采用反相高效液相色谱法,以 YWG-C₁₈为固定相,甲醇-水(10:90)为流动相,UV 检测,检测波长为 225nm,测定了三普复方红景天胶囊中红景天甙含量。进行了线性范围、回收率和精密度的测定,其平均回收率为 99%,RSD 为 0.78%。

关键词: 三普红景天胶囊; 红景天甙; 高效液相色谱。

三普红景天胶囊是以藏药为主要原料,加以沙棘、枸杞子、黄芪等 10 几种名贵中药组方的滋补强壮新药。用于消除疲劳、抵御寒冷、镇静、治疗糖尿病和老年性心衰等症(许建峰等,1998),并具有延缓衰老和提高肌体免疫功能。药理实验表明红景天甙是三普红景天胶囊中主要有效成分之一,其含量高低直接影响到药品的质量和疗效。以往测定红景天甙的方法有分光光度法(明海泉等,1998),薄层层析-紫外法和高效液相色谱法(安丰等,1994)。

但这些方法都是测定红景天药材或红景天单味制剂中的红景天甙,而测定复方红景天制剂中的红景天甙的方法则未见报道。三普红景天胶囊是由多味中药组成的复方制剂,成分复杂,用文献所述方法难以准确检测。作者采用高效液相色谱法,在选择的最佳条件下,对 8 批三普红景天胶囊中的红景天甙含量进行了测定,得到满意的结果。此法为控制三普红景天胶囊药品质量,保证用药有效性提供了快速、灵敏和准确的检测技术。

实验部分

1. 仪器与试剂

Waters 600E 型高效液相色谱仪,486 型紫外检测器和 746 型数据处理系统。色谱纯甲醇;二次离子交换水;红景天甙(Salidroside)对照品(购自中国药品生物制品检定所);三普红景天胶囊由青海三普药业集团公司提供。

2. 色谱条件

色谱柱: Waters Resolve C₁₈ (5 μ m, 3.9 \times 150mm); 流动相: CH₃OH-H₂O (1:9), 经 0.45 μ m 的过滤膜脱气; 流速: 1.0ml/min; 紫外检测 225nm; 进样量 10 μ l。

3. 供试品溶液的制备

取 20 粒红景天胶囊, 除去外壳, 倒出药粉充分混匀, 准确称取 0.4000g 药品置 100ml 已恒重过的磨口三角瓶或圆底烧瓶中, 加甲醇 25ml 称重, 水浴加热回流提取 2h, 取下放至室温称重, 加甲醇到回流前的重量, 过滤, 弃去滤渣, 滤液为供试品待测液。分析前用 0.5 μ m 有机滤膜过滤。

结果与讨论

1. 分离条件的选择

分别对甲醇-水不同比例作流动相进行了考察, 结果表明: 以甲醇-水 (1:9) 为流动相时, 样品中的红景天甙达到最佳分离 (图 1、图 2)。

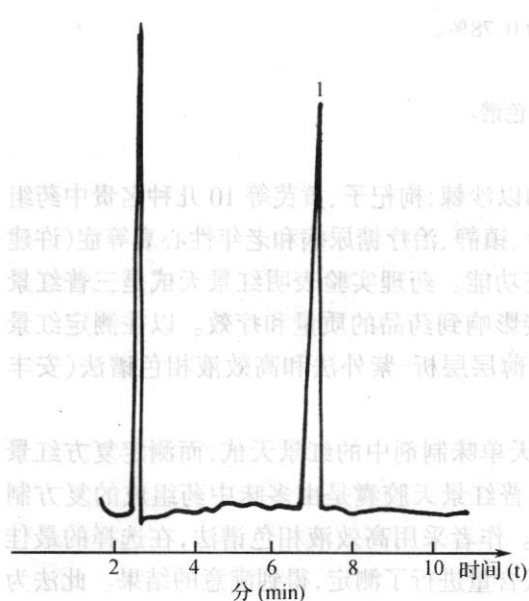


图 1 红景天甙标准图

1. 红景天甙

Fig. 1 Chromatogram of salidoside

1. Salidoside

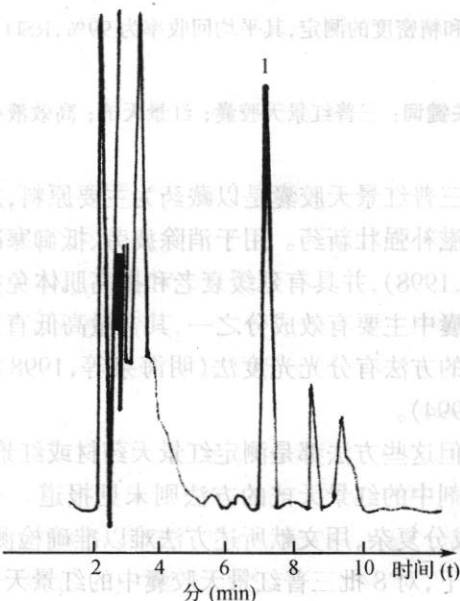


图 2 样品色谱分离图

1. 红景天甙

Fig. 2 Chromatogram of sample

1. Salidoside

2. 最大吸收波长的选择

安丰等 (1994) 报道, 红景天甙的最大吸收峰有 225nm 和 275nm 两处。对两处吸收波

长进行了实验比较,发现 225nm 处的样品杂质峰少,干扰小,故选用 225nm 波长为该方法的检测波长。

3. 线性范围的测定

用红景天甙对照品配成不同浓度的标准溶液,每份溶液重复测定 4 次,取平均值,以红景天甙含量与峰面积进行回归处理,得回归方程: $Y = 2164X - 2.499$, $R = 0.9997$,红景天甙浓度 C 为 $0.001 \sim 0.3\text{mg/ml}$ 时有良好的线性关系。

4. 回收率与精确度实验

取批号为 960208 的三普红景天药粉,精确称取 0.4700g 左右,加入对照品红景天甙,按上述供试溶液的制备操作,制得回收率和精确度实验的待测液依方法去进行测定,得出待测液中红景天甙的含量计算回收率,同时进行了精密度实验,结果见表 1。

表 1 回收率和精确度

Table 1 Recovery and precision

样品量 Sample (g)	加标量 Added (mg)	实测量 Found (mg)	回收率 Recovery (%)	相对标准偏差 RSD(%) (n=6)
0.4741	1.58	1.59	100.8	0.67
0.4743	1.58	1.54	97.4	0.81
0.4743	1.58	1.54	97.4	0.79
0.4732	1.58	1.56	98.7	0.83

5. 样品的测定

在确定的色谱条件下,取对照品(0.15mg/ml)溶液和供试品溶液各 10 μl ,每份测 4 次,取峰面积平均值,采用外标法定量,测定 8 批样品,结果见表 2。

表 2 三普红景天胶囊中红景天甙的含量

Table 2 Contents of salidroside in Rhodiola catsnle

批号 No. of product	红景天甙的含量 Contents of salidroside (%)	RSD(%) (n=4)	批号 No. of product	红景天甙的含量 Contents of salidroside (%)	RSD(%) (n=4)
960102	1.47	0.87	960409	1.54	0.74
960111	1.52	0.63	960412	1.49	0.79
960208	1.52	0.89	960603	1.54	0.87
960210	1.49	0.74	960804	1.57	0.87

6. 结论

从上述实验结果看出,建立的液相色谱法能够用简单的二元体系(甲醇-水),就可以把红景天甙与样品中其他成分分离,能进行定性定量的分析,该法操作简便,回收率高,结果准确,适合于红景天复方制剂中红景天甙的测定和产品质量的控制。

参 考 文 献

- 许建峰,应佩青,苏志国,1998.高山红景天资源应用与开发研究进展.中草药,29(3):202.
 明海泉,夏光成,张瑞钧,1998.红景天研究进展.中草药,29(5):37~40.
 安丰,岳松建,果德安,1994.薄层-紫外法测定8种红景天属植物中红景天甙含量.中草药,25(9):466.

DETERMINATION OF SALIDROSIDE IN RHODIOLA CATSNLE WITH HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY

Hu Fengzu Shao Yun Shi Zhixian

(Northwest Plateau Institute of Biology, the Chinese Academy of Sciences. Xining, 810001)

Abstract

A simple and rapid method for the determination of salidroside in Rhodiola Catsnle by RP-HPLC is described. The mobile phase consists of methanol-water (1:9, v/v) and detects by UV detector at a wavelength 225nm. The calibration curve is liner within the concentration 0.001~0.3mg/ml. The average recovery and RSD of Salidroside are 99.1% and 0.78% (n=6) respectively(see table 1).

Key words: High Performance Liquid Chromatography; Salidroside; Rhodiola Catsnle

表 1 红景天甙在 Rhodiola Catsnle 中的回收率及精密度 (n=6)

浓度 (mg/ml)	回收率 (%)	RSD (%)
0.001	99.1	0.78
0.002	99.1	0.78
0.005	99.1	0.78
0.010	99.1	0.78
0.020	99.1	0.78
0.030	99.1	0.78