

RP-HPLC 法测定飞龙掌血中氯化两面针碱的含量

赵丽恋^{1,3*}, 刘 韶², 罗杰英¹

(1. 湖南中医药大学, 湖南 长沙 410007; 2. 中南大学 湘雅医院, 湖南 长沙 410008;

3. 中国中医药科技开发交流中心, 北京 100027)

[摘要] 目的: 建立 RP-HPLC 法测定飞龙掌血中氯化两面针碱的含量的方法。方法: 采用 Diamonsil C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水-0.2% 磷酸二氢钠(30:40:30), 检测波长 328 nm, 流速为 1.0 mL·min⁻¹。结果: 氯化两面针碱的线性范围为 0.03 ~ 0.48 μg, $r = 0.999\ 9$ 。平均加样回收率为 99.33%, RSD = 3.30%。结论: 该法简便、准确、重现性好, 可用于飞龙掌血的质量控制。

[关键词] 反相高效液相色谱; 飞龙掌血; 氯化两面针碱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)04-0026-03

Determination of nitidine chloride in *Toddalia Asiatica* by RP-HPLC

ZHAO Li-lian^{1,3*}, LIU Shao², LUO Jie-ying¹

(1. Hunan University of Chinese Medicine, Changsha 410007, China;

2. Department of Pharmacy of Xiangya Hospital, Center South University, Changsha, 410008, China;

3. National Center for Traditional Chinese Medicine, Beijing 100027, China)

[Abstract] **Objective:** To develop an HPLC method for determination of nitidine chloride from *Toddalia asiatica*. **Methods:** The determination was performed on a Diamonsil C₁₈ column(250 mm × 4.6 mm, 5 μm). Acetonitrile-water-0.2% monobasic sodium phosphate(30:40:30) was used as the mobile phase. The flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. The UV detection wavelength was set at 328 nm. **Results:** The calibration curve of nitidine chloride was in good linearity over the range of 0.03 ~ 0.48 μg ($r = 0.999\ 9$). The average recovery was 99.33% and the RSD was 3.30% ($n = 5$). **Conclusion:** The method is accurate, simple and reproducible, and can be used to control the quality of *Toddalia Asiatica*.

[Key words] RP-HPLC; *Toddalia asiatica*(L.) Lam.; Determination the nitidine chloride

飞龙掌血为芸香科飞龙掌血属植物, 根, 根皮, 茎, 叶都可入药, 主含生物碱及香豆素类等化学成分^[1]。对于飞龙掌血中香豆素类成分的测定方法已有报道^[2~4], 但未见测定其中生物碱类成分的报道, 因此本文建立测定飞龙掌血中氯化两面针碱的反相高效液相色谱方法。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪, 包括 G1311A 四元梯度泵、G1313A 自动进样器、G1311A 柱温箱、G1313A 二级管阵列检测器(美国惠普公司); 氯化两面针碱对照品(中国药品生物制品检定所), 飞龙掌血采自湖南张家界, 经中南大学药学院李新中教授鉴定为芸香科飞龙掌血 *Toddalia asiatica* (L.) Lam 干燥根、根皮、茎, AEL-200 型电子分析天平, KS-600D 超声清洗机, 乙腈为色谱纯, 其他所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Diamonsil C₁₈ (250 mm × 4.6

[收稿日期] 2008-12-29

[通讯作者] * 赵丽恋, Tel: (010)64178562; E-mail: voicezhaoll@

163.com

mm, 5 μm) 流动相: 乙腈-水-0.2% 磷酸二氢钠(30:40:30), 检测波长: 328 nm; 流速: 1.0 mL $\cdot$ min $^{-1}$; 柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$ 。理论塔板数按氯化两面针碱峰计算应不低于 2 000。色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取氯化两面针碱对照品 12.0 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀即得, 备用。

2.3 供试品溶液的制备 取飞龙掌血根、根皮或茎适量, 粉碎成细粉。取粉末约 3.0 g, 精密称定, 加 70% 乙醇回流 2 次, 每次 40 mL, 回流 1 h, 放冷, 滤过, 滤液置 100 mL 量瓶中, 用 70% 乙醇分数次洗涤容器, 洗液滤入同一量瓶中, 加 70% 乙醇至刻度, 摇匀, 0.45 μm 微孔滤膜滤过即得, 备用。

2.4 线性关系的考察 精密吸取氯化两面针碱对照品储备液 0.5、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL, 用流动相稀释至 10 mL, 进样 5 μL , 测定。以氯化两面针碱进样量(X)为横坐标, 峰面积值(Y)为纵坐标, 绘制标准曲线, 得线性回归方程: $Y = 6.8555X - 8.4354$, $r = 0.9999$ 。表明氯化两面针碱在 0.030 ~ 0.480 μg 范围内线性关系良好。

2.5 精密度试验 取 24 ng $\cdot\mu\text{L}^{-1}$ 对照品溶液, 重复进样 5 次, 每次 10 μL , 测定峰面积值, 结果 RSD 为 1.11%, 表明精密度良好。

2.6 稳定性试验 取同一供试品溶液, 分别在 0.2、4、8、12 h 进样, 每次 10 μL , 测定峰面积值, 结果 RSD 为 1.18%。表明供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。

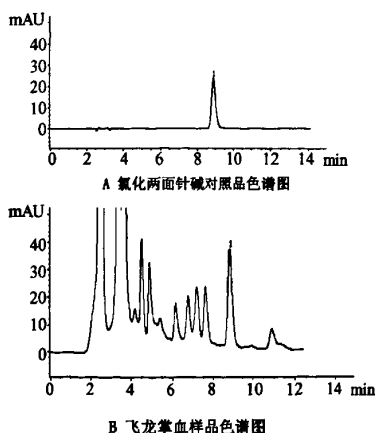


图 1 飞龙掌血的 HPLC 图

2.7 重复性试验 取飞龙掌血 5 份, 按 2.3 项下供试品溶液制备方法制备并测定, 结果峰面积 RSD 为 1.36%。

2.8 回收率试验 采用加样回收法, 取已知含量飞

龙掌血 5 份, 精密加入一定量的氯化两面针碱对照品, 按 2.3 项下供试品溶液制备方法制备并测定, 计算, 平均回收率为 99.33%, 表明方法回收率较好。结果见表 1。

表 1 氯化两面针碱加样回收率试验结果

编号	样品称量(g)	原有量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	2.949 2	1.74	1.80	3.44	94.44		
2	2.847 5	1.68	1.80	3.53	102.78		
3	2.966 1	1.75	1.80	3.56	100.56	99.33	3.30
4	2.898 3	1.71	1.80	3.53	101.11		
5	3.016 9	1.78	1.80	3.54	97.78		

2.10 样品测定 分别取 5 批样品, 按上述方法制备样品溶液并测定, 计算样品中氯化两面针碱含量, 结果见表 2。

表 2 飞龙掌血中氯化两面针碱含量测定结果(mg $\cdot\text{g}^{-1}$)

编号	根	根皮	茎
1	0.59	0.24	0.35
2	0.55	0.21	0.41
3	0.58	0.27	0.37
4	0.52	0.21	0.32
5	0.54	0.23	0.33

3 讨论

根据文献报道^[5, 6] 测定氯化两面针碱含量所用流动相有多种。流动相若加入一定浓度的三乙胺, 可避免峰脱尾现象, 如三乙胺的浓度太高, 会影响 C₁₈ 柱的稳定性, 所以应避免使用较高浓度三乙胺或二乙胺。本文曾以乙腈:磷酸二氢钾不同浓度, 乙腈-0.05 mol $\cdot\text{L}^{-1}$ 磷酸二氢钾-三乙胺不同比例作为流动相, 但分离效果均不理想。由于氯化两面针碱在不同 pH 值流动相中保留时间有很大差异, 在保证分离的情况下, 发现用乙腈-水-0.2% 磷酸二氢钠(30:40:30)作为流动相, 峰形较好, 且主峰与相邻峰达到基线分离。样品以甲醇热浸后超声处理也可直接进行含量测定, 但氯化两面针碱峰面积较低, 使得定量不准确。

【参考文献】

- [1] 全国中草药汇编编写组. 全国中草药汇编[M]. 上册, 北京: 人民卫生出版社, 1990. 903-905.
- [2] 郝小燕, 曹晓红, 梁妍, 沈月毛. 高效液相色谱法测定飞龙掌血中异茴香甙含量[J]. 中国中药杂志, 2004, 29(8): 768-769.

HPLC 法测定茵山莲颗粒剂中野黄芩苷含量

方晓明*, 曹爱民, 孟宪生

(辽宁中医药大学, 辽宁 沈阳 110032)

[摘要] 目的:建立茵山莲颗粒剂含量测定方法。方法:采用液相色谱法对茵山莲颗粒剂中野黄芩苷含量加以测定。以 shim-pak clc-ODS(4.6 mm × 150 mm, 5 μm)为色谱柱,以甲醇-0.025 mol·L⁻¹磷酸水(37:63)为流动相,检测波长为 335 nm。结果:野黄芩苷对照品进样量在(0.1216~0.608)μg 范围内线性关系良好,方法的回收率为 97.38% (n=5), RSD=1.7%。结论:该试验含量测定方法快速、准确,方法的稳定性、重复性良好。可用于茵山莲颗粒剂的质量控制。

[关键词] 茵山莲颗粒剂; 野黄芩苷; 液相色谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)04-0028-02

茵山莲颗粒剂由茵陈、栀子、半枝莲等 10 余味中药经提取加工制成。具有清热解毒,利湿之功效。半枝莲为方中君药,主要含有野黄芩苷等活性成分。为控制其质量,本文采用液相色谱法对制剂中野黄芩苷含量加以测定,方法与结果如下:

1 仪器与试剂

仪器:日本岛津 LC-6A 液相色谱仪,中北工作站,Spb-6AX 紫外可见检测器。试剂:甲醇 色谱纯(天津科密欧公司);野黄芩苷对照品由中国药品生物制品检验所提供,野黄芩苷批号(821-200104)。样品由沈阳中药厂提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 以 shim-pak clc-ODS(4.6 mm × 150 mm, 5 μm)为色谱柱,以甲醇-0.025 mol·L⁻¹磷酸水(37:63)为流动相,检测波长为 335 nm。理论塔板数按野黄芩苷色谱峰计算不得低于 5 000。

2.2 对照品溶液制备 精密称取野黄芩苷对照品

12.16 mg,置 200 mL 量瓶中,加甲醇溶解制成每 1 mL 含 0.060 8 mg 的溶液。

2.3 供试品溶液制备 取本品研细,取粉末 0.5 g,精密称定,精密加甲醇 25 mL,称重,超声处理 30 min,(功率 360 W,频率 35 kHz),放冷。称重,加甲醇补足减失重量,滤过。滤液经微孔滤膜(0.45 μm)滤过,续滤液备用。

2.4 阴性液制备及干扰试验 按处方取去除半枝莲外的其他药材,按样品工艺同法制备,再按供试品溶液制备方法同法操作,制成阴性液。精密吸取对照品溶液,供试品溶液,阴性液各 10 μL,注入液相色谱仪中,按前述色谱条件进样分析,绘制色谱峰,测定结果提示:供试品色谱中,与对照品色谱相同位置上,具有相同保留时间的色谱峰,阴性液无干扰。见图 1,2,3。

2.5 线性关系 精密吸取对照品溶液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 μL,注入液相色谱仪中,按前述色谱条件测定,以色谱峰面积为纵坐标,以进样量为横坐标,绘制标准曲线。经回归处理: $Y = 5.06 \times 10^6 X + 2.02 \times 10^4$, $r = 0.995$, 野黄芩苷对照品进样量在 0.121 6~0.608 μg 范围内线性关系良好。

[收稿日期] 2008-10-21

[通讯作者] *方晓明, Tel: (024)31207187; E-mail: qingqing1981@vip.com

[3] 梁妍, 黄俊, 赵超, 郝小燕. 用高效液相色谱法测定飞龙掌血中茵苻香豆素含量[J]. 贵阳医学院学报, 2003, 28(6): 519-520.

[4] 胡小刚, 郭书好, 李继革, 李素梅, 彭赛玉. 用双波长薄层扫描法测定飞龙掌血根中茵苻香豆素的含量[J]. 暨南大学学报(自然科学版), 2000, (21) 3: 89-90.

[5] 陈钧, 段更利, 黄建明. 反相高效液相色谱法测定两面针霜剂和生药两面针中氯化两面针碱的含量[J]. 复旦学报, 2001, 28 (5): 436-437.

[6] 刘鹏翰, 陆来祥, 潘声遣, 等. HPLC 法测定妇炎净片中氯化两面针碱的含量[J]. 食品与药品, 2005, 7(10A): 45-47.

RP-HPLC法测定飞龙掌血中氯化两面针碱的含量

作者:

赵丽恋, 刘韶, 罗杰英, ZHAO Li-lian, LIU Shao, LUO jie-ying

作者单位:

赵丽恋, ZHAO Li-lian(湖南中医药大学, 湖南, 长沙, 410007; 中国中医药科技开发交流中心, 北京, 100027), 刘韶, LIU Shao(中南大学, 湘雅医院, 湖南, 长沙, 410008), 罗杰英, LUO jie-ying(湖南中医药大学, 湖南, 长沙, 410007)

刊名:

中国实验方剂学杂志 ISTIC PKU

英文刊名:

CHINESE JOURNAL OF EXPERIMENTAL TRADITIONAL MEDICAL FORMULAE

年, 卷(期):

2009, 15(4)

参考文献(6条)

- 刘鹏翰;陆来祥;潘声遣 [HPLC法测定妇炎净片中氯化两面针碱的含量](#)[期刊论文]-[食品与药品](#) 2005(10A)
- 陈钧;段更利;黄建明 [反相高效液相色谱法测定两面针霜剂和生药两面针中氯化两面针碱的含量](#)[期刊论文]-[复旦学报](#) 2001(05)
- 胡小刚;郭书好;李继革;李素梅, 彭寨玉 [用双波长薄层扫描法测定飞龙掌血根中异茴芹香豆素的含量](#)[期刊论文]-[暨南大学学报\(自然科学与医学版\)](#) 2000(03)
- 梁妍;黄俊;赵超;郝小燕 [用高效液相色谱法测定飞龙掌血中茴芹香豆素含量](#)[期刊论文]-[贵阳医学院学报](#) 2003(06)
- 郝小燕;曹晓红;梁妍;沈月毛 [高效液相色谱法测定飞龙掌血中异茴芹香豆素含量](#)[期刊论文]-[中国中药杂志](#) 2004(08)
- [全国中草药汇编编写组](#) [全国中草药汇编](#) 1990

本文读者也读过(10条)

- [徐露](#), [黄彦](#), [董志](#), [易东](#) [两面针总碱对溃疡性结肠炎大鼠抗炎作用的实验研究](#)[期刊论文]-[中国中医急救](#) 2010, 19(3)
- [弓艳君](#) [山豆根两面针为主治疗100例口腔溃疡的临床观察](#)[期刊论文]-[内蒙古中医药](#)2007, 26(7)
- [刘韶](#), [雷鹏](#), [李新中](#), [戴智勇](#), [王海波](#), [LIU Shao](#), [Lei Peng](#), [LI Xinzhong](#), [Dai Zhiyong](#), [Wang Haibo](#) [黄连解毒汤饮片汤剂和颗粒汤剂的指纹图谱比较](#)[期刊论文]-[中国药师](#)2005, 8(2)
- [庞辉](#), [何惠](#), [简丽娟](#), [高志睿](#), [韦奇](#), [贾晓栋](#), [Pang Hui](#), [He Hui](#), [Jian Lijuan](#), [Gao Zhirui](#), [Wei Qi](#), [Jia Xiaodong](#) [两面针总碱抗胃溃疡作用研究](#)[期刊论文]-[中药药理与临床](#)2007, 23(1)
- [谢云峰](#), [XIE Yun-feng](#) [两面针提取物抗氧化作用](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2000, 11(1)
- [庞辉](#), [何惠](#), [贾晓栋](#), [简丽娟](#), [韦奇](#), [高志睿](#), [PANG Hui](#), [HE Hui](#), [JIA Xiao-dong](#), [JIAN Li-juan](#), [WEI Qi](#), [GAO Zhi-rui](#) [两面针总碱对胃溃疡大鼠黏膜防御因子的影响](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2007, 18(3)
- [秦三海](#), [刘华钢](#), [王博龙](#), [杨斌](#), [QIN San-hai](#), [LIU Hua-gan](#), [WANG Bo-long](#), [YANG Bin](#) [氯化两面针碱体外诱导肺癌SPC-A-1、舌癌Tca8113两种肿瘤细胞株凋亡的研究](#)[期刊论文]-[中国药理学通报](#)2007, 23(2)
- [李丹妮](#), [刘华钢](#), [刘丽敏](#), [刘林](#), [梁霜](#), [LI Dan-ni](#), [LIU Hua-gang](#), [LIU Li-min](#), [LIU Lin](#), [LIANG Shuang](#) [氯化两面针碱诱导人肝癌细胞SMC-7721凋亡的研究](#)[期刊论文]-[西安交通大学学报\(医学版\)](#) 2009, 30(1)
- [张赛丹](#), [彭振宇](#), [刘韶](#), [裴志芳](#), [陈峰](#), [杨柳](#), [ZHANG Sai-dan](#), [PENG Zhen-yu](#), [LIU Shao](#), [PEI Zhi-fang](#), [CHEN Feng](#), [YANG Liu](#) [甲基莲心碱对LPC诱导内皮细胞损伤的保护作用及与ADMA的关系](#)[期刊论文]-[中国中药杂志](#)2008, 33(21)
- [王博龙](#), [刘华钢](#), [杨斌](#), [秦三海](#), [WANG Bo-Long](#), [LIU Hua-Gang](#), [YANG Bin](#), [QIN San-Hai](#) [氯化两面针碱体外对人口腔鳞癌多耐药细胞KBV200的抗癌活性](#)[期刊论文]-[中国药理学与毒理学杂志](#)2007, 21(6)

引证文献(2条)

- [王微](#), [石磊](#), [姬志强](#), [王金梅](#), [李昌勤](#), [康文艺](#) [飞龙掌血脂溶性成分GC-MS分析](#)[期刊论文]-[中国实验方剂学杂志](#)

2011(18)

2. [田春莲](#). [蒋风开](#). [文赤夫](#) 飞龙掌血多糖清除自由基活性的研究[期刊论文]-[食品工业科技](#) 2011(11)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgsyfjxzz200904011.aspx