

反相高效液相色谱法对蛇床子中 蛇床子素含量的测定

刘 锋¹,袁铁流¹,黄艳君¹,张俊玮²

(1.长沙市第一医院,湖南长沙 410005; 2.湖南中达鹭马制药有限责任公司,湖南长沙 410013)

〔摘要〕目的 建立反相高效液相色谱(RP-HPLC)法测定蛇床子药材中蛇床子素的含量的方法。方法 采用十八烷基硅烷键合硅胶柱 Diamonsil(TM) 钻石 C₁₈ 色谱柱,流动相为甲醇-水(75:25) 检测波长 325 nm。结果 蛇床子素在 0.288~1.440 μg 范围内具有良好的线性关系, $r=0.9990$, 本法精密度高, RSD=0.43, 重现性好, RSD=1.41, 回收率为 97.38%, RSD=1.11。结论 本方法可以精确测定蛇床子中蛇床子素的含量。

〔关键词〕蛇床子;蛇床子素;含量测定;反相高效液相色谱法

〔中图分类号〕R 285.2 〔文献标识码〕A 〔文章编号〕1000-563X(2002)01-0036-02

蛇床子为伞形科植物蛇床子 *Cnidium monnieri* (L.) Cuss. 的干燥成熟果实。功能为温肾壮阳, 燥湿, 祛风, 杀虫。用于阳萎, 宫冷, 寒湿带下, 湿痹腰痛, 外治外阴湿疹, 妇人阴痒, 滴虫性阴道炎。为更好地控制其质量, 本实验采用了反相高效液相色谱(RP-HPLC)法测定蛇床子药材中蛇床子素的含量, 为检测蛇床子药材质量提供一种更精确、简便的方法。

1 材料

1.1 仪器

高效液相色谱仪 日本岛津 LC-10A, SPD-10AVP 紫外检测器, Shimadzu CLASS-VP 数据处理系统, 迪马 Diamonsil(TM) 钻石 C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), HS-120D 超声波清洗机(宁波新芝科技研究所)。

1.2 试药

蛇床子(购于湖南九芝堂有限公司)由张俊玮硕士鉴定为蛇床子 *Cnidium monnieri* (L.) Cuss. 的干燥成熟果实, 蛇床子素对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 0822-9802); 甲醇(分析纯)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 流动相为甲醇-水(75:25), 流速为 0.8 ml/min; 波长为 325 nm; 柱温为室温; 进样量为 20 μl, 理论塔板数按蛇床子素计算应不低于 2000; 外标法计算含量。

2.2 线性关系考察

精密吸取不同浓度的对照品溶液 20 μl 按上述色谱法条

件测定峰面积, 见表 1, 计算回归方程。蛇床子素在 0.288~1.440 μg 范围内具有良好的线性关系。

表 1 蛇床子素进样量与峰面积线性关系

进样量(μg)	0.288	0.576	0.864	1.152	1.440
峰面积	1 510 482	3 097 424	4 572 781	5 840 312	7 569 627
回归方程	$Y = 59 772 + 5 160 131X$		$r = 0.999 0$		

2.3 稳定性实验

对照品稳定性试验 精密吸取贮于冰箱中的对照溶液(0.0576 g/L 分别于 0、24、48、72、96 h 不同时间各进样 1 次, 每次 20 μl, 测得蛇床子素对照品的峰面积分别为 5 774 168、5 622 227、5 650 649、5 718 656、5 755 922, RSD 为 1.16%。由上可知, 对照品溶液贮于冰箱中 5 d 内峰面积变化不大, 浓度稳定。

样品溶液稳定性试验 取本品粗粉(过 3 号筛, 下同)约 0.5 g 精密称定, 按供试品溶液的制备方法制备供试品溶液。精密吸取供试品溶液分别于 1、2、3、4 h 不同时间各进样 1 次, 每次 20 μl, 测得供试品峰面积分别为 4 733 274、4 671 475、4 733 274、4 671 475, RSD 为 0.76%, 表明样品溶液中蛇床子素在 4 h 内测定有良好的稳定性。

2.4 精密度试验

精密吸取上述对照品溶液(0.0576 g/L) 20 μl, 重复进样 5 次, 测得蛇床子素对照峰面积分别为 5 696 081、5 670 889、5 731 211、5 716 712、5 725 933, RSD 为 0.43%。

2.5 重复性试验

按样品测定项下方法对购于湖南九芝堂有限公司的同一批蛇床子药材进行平行 5 次试验, 结果蛇床子素含量分别为 1.53%、1.56%、1.57%、1.53%、1.52%, 平均值为 1.54%,

RSD 为 1.41%。

2.6 样品的测定

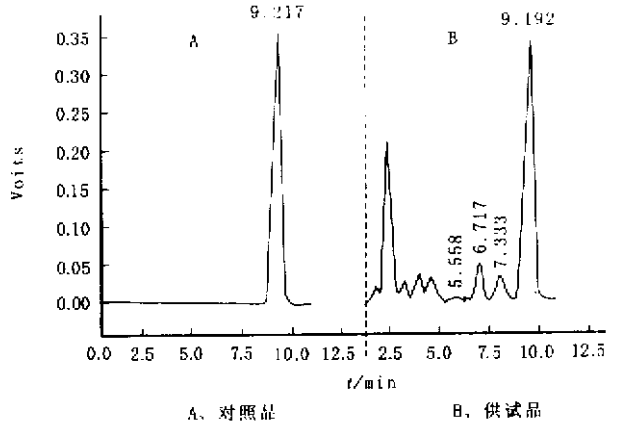
取本品粗粉约 0.5 g 精密称定,置 50 ml 具塞锥形瓶中,加入 80% 甲醇溶液 20 ml,超声波(200 W)提取 30 min,取出,放冷,滤过,用少量 80% 甲醇洗涤锥形瓶及残渣,合并洗液及滤液,置 25 ml 量瓶中,加 80% 甲醇至刻度,摇匀,精密吸取 1 ml 置 10 ml 量瓶中,加 80% 甲醇至刻度,微孔滤膜(0.45 μm)滤过,分别精密吸取供试品溶液、对照品溶液各 20 μl,注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定峰面积,计算含量。其色谱图与含量测定结果见附图、表 2。

2.7 回收率试验

采用加样回收法,取本品粉末(购于湖南九芝堂有限公司)6 份各约 0.3 g 精密称定,置 50 ml 具塞锥形瓶中,加入蛇床子素对照品适量分别加入 80% 甲醇溶液各 20 ml,超声波(200 W)提取 30 min,取出,放冷,滤过,用少量 80% 甲醇洗涤锥形瓶及残渣,合并洗液及滤液,置 25 ml 量瓶中,分别加 80% 甲醇至刻度,摇匀,微孔滤膜(0.45 μm)滤过,精密吸取 1 ml 置 10 ml 量瓶中,加 80% 甲醇至刻度,摇匀,即得。测定结果见表 3。

3 讨论

在样品的制备过程中曾采用了不同浓度的甲醇溶液超



附图 HPLC 色谱法

表 2 3 批蛇床子药材测定结果 (%)

样品	蛇床子素含量			平均值
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	
1	1.11	1.13	1.13	1.12
2	1.57	1.60	1.59	1.59
3	1.31	1.30	1.27	1.29

表 3 蛇床子素回收率测定结果

编号	样品量 (g)	样品中蛇床子素 (mg)	添加蛇床子素 (mg)	测出蛇床子素 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	0.297 8	3.335 4	3.0	6.276 0	98.02		
2	0.291 2	3.261 4	3.0	6.185 9	97.48		
3	0.255 6	2.862 7	3.5	6.325 3	98.93		
4	0.273 4	3.062 1	3.5	6.463 8	97.19	97.33	1.11
5	0.339 9	3.806 9	4.0	7.663 1	96.41		
6	0.329 8	3.693 8	4.0	7.531 1	95.93		

声提取,结果表明用 80% 甲醇溶液提取效果最好;对于提取方法的选择,比较超声法、回流法和冷浸法,发现超声法所需时间最少,样品分离效果最好;试验表明超声法提取 30 min 即可提取完全,故样品制备采用本法。

《中华人民共和国药典》2000 年版(一部)记载的蛇床子中蛇床子素含量的测定方法为薄层扫描法,但其操作繁琐,误差较大,本实验采用了反相高效液相色谱(RP-HPLC)法测定了蛇床子药材中蛇床子素的含量,可以更精确地控制蛇床子的质量。

据文献报道,蛇床子中蛇床子素的含量变化较大,可能与产地和采收季节有较大关系,这种影响关系有待进一步研究。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2000 年版·一部[M]. 北京:化学工业出版社,2001.256.
 [2] 郑虎占. 中药现代研究与应用(第五卷) [M]. 北京:学苑出版社,1998.4131-4145.

反相高效液相色谱法对蛇床子中蛇床子素含量的测定

作者: 刘锋, 袁铁流, 黄艳君, 张俊玮
作者单位: 刘锋, 袁铁流, 黄艳君(长沙市第一医院, 湖南, 长沙, 410005), 张俊玮(湖南中达鹭马制药有限公司, 湖南, 长沙, 410013)
刊名: 湖南中医学院学报 
英文刊名: JOURNAL OF HUNAN COLLEGE OF TRADITIONAL CHINESE MEDICINE
年, 卷(期): 2002, 22(1)
被引用次数: 3次

参考文献(2条)

1. 郑虎占 中药现代研究与应用 1998
2. 国家药典委员会 中国药典2000年版(一部) 2001

引证文献(3条)

1. 尚飞, 王亚侠, 陈芳晓, 钱春梅 HPLC法测定复方沙棘籽油栓中蛇床子素的含量[期刊论文]-西北药学杂志 2006(4)
2. 郎然, 谭丽 清浊止痒洗剂制备及质量控制[期刊论文]-医药论坛杂志 2006(4)
3. 叶晓平, 宋纯清 RP-HPLC法同时测定蛇床子中蛇床子素、欧芹属素乙和异茴芹素的含量[期刊论文]-中草药 2005(1)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_hnzyxyxb200201013.aspx