

高效液相色谱法测定红景天苷含量

蒋礼年 陆杭双 张逢秋¹(杭州 310003 浙江康恩贝集团有限公司;¹ 杭州 310016 杭州娃哈哈集团公司)

红景天苷系景天科植物高山红景天(*Rhodiola Sachalinensis* A.Bor.)的主要有效成分。高山红景天,味甘、苦、涩,性凉,有养肺清热、滋补元气、轻身延年等功效^[1-3]。用红景天干浸膏为原料制成的红景天制品具有抗疲劳、耐缺氧、抗寒、护肝、抗高原反应及调节免疫功能等作用。我国的西藏、云南、东北、新疆等地的有效资源开发单位与沿海地区联合开发了以高山红景天为原料的饮料、口服营养液、冲剂、胶囊等系列药品。这些产品中的主要成分红景天苷的含量传统测定方法是薄层层析法,此方法操作繁琐,灵敏度差、准确性低。作者于1997年10月至1998年5月进行了高效液相色谱法测定红景天苷含量的研究,报告如下。

中国现代应用药理学杂志 1999 年第 16 卷第 7 期

1 仪器与试剂

1.1 仪器与测定条件

LC-4A 高效液相色谱仪、SPD-2AS 紫外可见检测器(日本岛津);Zorbax, ODS(25cm × 4.6mm id)(美国杜邦);L-R2AX 微处理机(日本岛津)。流动相:20% 甲醇;流速:1.0ml/min;波长 276nm;柱温为室温,柱温过高时可适当升高温度;进样量:10 μ l;理论板数 $n = 1500$;出峰时间:4min。

1.2 试剂与样品

甲醇(分析纯);水为注射用水;对照品:红景天苷自景天科植物高山红景天的干燥根茎提取而得,要求 IR, EI-MS, HNMR 及 CN-MR 图谱与文献一致,

mp159.0~160℃,TLC 检测显示单一斑点,在 HPLC 中呈单峰^[4,5]。样品:高山红景天浸膏干粉(杭州娃哈哈集团公司,批号为 970801,970810,970903,970906 和 971016)。

2 实验方法与结果

2.1 对照品溶液配制

准确称取对照品 10.0mg,置 10ml 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度得约 1.0mg/ml 红景天苷对照品贮备液,置冰箱中 4℃保存。临用时取贮备液用流动相稀释成合适的对照品溶液。

2.2 标准曲线测定

将贮备液(1.0mg/ml)分别稀释成 10,30,50,70 和 90μg/ml,按上述条件分别进样 10μl,测得峰面积积分值(UV·S)分别为 15 066.6,17 653.5,20 483.3,23 053,4 和 25 813.8,以峰面积积分为 Y,相应的浓度为 X 进行回归处理,得 $Y = 134.2X + 13\ 676.2$, $r = 0.9996$ 。线性范围为 0.01955~0.07806mg/ml。

2.3 回收率试验

采用加样回收法测定回收率。称取同一批号(970810)红景天干浸膏粉末 0.0528,0.0528,0.0503,0.0503和 0.0528g,精密称定,分别加入红景天苷对照品 1.56,1.61,1.58,1.59 和 1.62mg。按样品测定方法处理,测定红景天苷含量,结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

供试品中含红 景天苷量(mg)	加入红景天 苷的量(mg)	红景天苷测 得量(mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
1.68	1.56	3.24	100.0		
1.68	1.61	3.30	100.8		
1.60	1.58	3.15	98.1	99.6	1.7
1.60	1.59	3.15	97.8		
1.68	1.62	3.32	101.1		

2.4 样品测定

准确称取红景天浸膏干粉 0.1g,用适量水溶解在 100ml 量瓶中,超声波振荡 10min。待全部溶解后,用孔径为 0.45μm 微孔滤膜过滤,适量水冲洗滤膜,加流动相至 100ml 刻度。取样,按上述方法进样测定,出峰时间 4min。读取峰面积积分值,外标法计算含量,结果见表 2。

2.5 精密度试验

取对照品溶液进样 10μl,重复 5 次,测得峰面积积分值分别为 18 109.4,18 063.2,18 207.1,18 037.9 和 18 371.6,RSD 为 0.75%,结果表明本方法精密度好。

表 2 样品含量测定结果

批 号	干浸膏重(g)	峰面积积分值	含量(%)
970801	0.1060	18 114.5	3.12
970810	0.1062	18 208.3	3.18
970903	0.1056	18 126.1	3.14
970906	0.1046	18 030.7	3.12
971016	0.1070	18 228.1	3.17

2.6 重复性试验

依法测定同一批号(970810)样品的峰面积积分值,分别为 18 086.2,18 020.3,18 272.5,18 136.4 和 18 308.8,RSD 为 0.67%。

2.7 稳定性试验

供试品放置 24h 后,依法测定其峰面积积分值,结果表明积分值几乎没有变化,表明本方法稳定性好。

3 讨 论

3.1 本文所研究的方法系高山红景天根茎提取后干浸膏中红景天苷含量测定方法,适用于以干浸膏为原料生产红景天产品的生产质量检验。由于红景天干浸膏是经提取、喷雾干燥等处理的产物,提取过程中除去了不少无药理活性的有机杂质,本方法对于成品检测或原植物中红景天苷含量测定,是切实可行的。

3.2 作者在研究中选了多种流动相进行考察分析,根据该样品的一定程度水溶性,并结合生产工艺的特性,采用 20%甲醇为流动相。甲醇浓度偏高,则红景天苷与其他部分组分分离程度较差,影响检测的准确性;甲醇浓度偏低,则不仅存在样品出峰时间太长,还有另外一些组分干扰。

3.3 本方法与传统的薄层层析法相比具有准确性强、操作简便、重现性好等优点,而薄层层析法检出中大多数样品存在拖尾和分离程度差、有杂质干扰等缺点。

参考文献

- 1 袁文学,高淑范,栗砚芬,等.高山红景天提取物的药理研究.沈阳药学院学报,1986,3:181.
- 2 明海泉,夏光成,张瑞钧.红景天研究进展.中草药,1988,5:37.
- 3 帝玛·格西旦增平措.晶珠本草(木刻板).124.
- 4 卢希贤,郑俊民,王志清.国产红景天抗疲劳有效成分的分
离提取.沈阳药学院学报,1979,11:79.
- 5 王曙,王锋鹏.大花红景天化学成分的研究.药学报,1992,27(2):117.