

# 反相高效液相色谱法测定蒙药三子汤中梔子苷的含量

白玉霞,齐日麦图,梁健存(内蒙古民族大学蒙医药学院,内蒙古 通辽 028041)

摘要:目的 建立蒙药三子汤高效液相法测定梔子苷的含量方法。方法 采用 VP-ODS柱(150L×4.6),乙腈-0.1%磷酸水溶液(15:85)为流动相,检测波长为 238nm。结果 梔子苷浓度与峰面积线性关系良好,平均加样回收率为 99.1%,RSD=1.57%。结论 该实验方法操作简便,结果可靠,为蒙药三子汤质量控制提供可靠依据。

关键词:反相高效液相色谱;梔子苷含量;蒙药三子汤

中图分类号:R917.792.1 文献标识码:A 文章编号:1007-7693(2007)02-0149-02

## Determination of the Content of Geniposide in the Mongolian Medicine three sub soup by RP-HPLC

BAI Yu-xia, QIRI Ma-i-tu, LIANG Jian-cun(College of Mongolian Medicine, Inner Mongolia University for Nationalities, Tongliao 028041, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To set up a standard of quality control about Mongolian Medicine, three sub soup. **METHODS** Determine the content of the Geniposide by HPLC. The column was VP-ODS (150L×4.6), the flow phase was C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O-0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O (15:85), and the measured wavelength was at 238 nm. **RESULTS** The linear relationships of Geniposide concentration and the peak area were good, with the average recovery rate was 99.1%, RSD=1.57%. **CONCLUSION** Conclusion: This method is easy and accurate, and provides a reliable method for the quality control of Mongolian Medicine, three sub soup.

**KEY WORDS:** RP-HPLC; content of the geniposide; Mongolian medicine three sub soup

三子汤由梔子、诃子、川楝子 3味蒙药组成的传统蒙药制剂,具有清热、解毒、凉血功能。主要用于瘟热、眩晕头疼、血热目赤等病症<sup>[1]</sup>,是蒙医临床常用药之一。为了确保其疗效及药物质量我们采用 RP-HPLC测定梔子的含量。本试验方法既先进又简便、结果准确可靠,为该药制定质量标准提供可靠依据。

### 1 材料与仪器

梔子、诃子、川楝子由内蒙古民族大学附属医院蒙药制剂室提供,经鉴定梔子为茜草科植物梔子 *Gardenia jasminoides* Ellis.的干燥成熟果实;诃子为使君子科植物诃子 *Terminalia chebula* Retz.的干燥成熟果实;川楝子为使楝子科植物川楝子 *Melia toosendan* Siob.的干燥成熟果实;以上药材分别粉碎通过 40目筛备用。三子汤由内蒙古蒙药厂提供(批号为 040715成药 1);内蒙古民族大学附属医院制剂室提供

作者简介:白玉霞(1962-),女,副教授,从事蒙药化学和蒙药新药研究 20余年。电话:13394756138 E-mail: baiyuxial65@sina.com

(批号为 2004061 成药 2);空白对照品按文献的处方及方法配制缺椐子的空白制剂。椐子苷对照品由中国生物制品鉴定所提供(批号 0749-200007);KQ-100型超声清洗器(昆山市超声仪器有限公司);石油醚(60~90℃沸程)甲醇、丙酮、环己烷、氯仿等均为分析纯。高效液相色谱仪:日本岛津 LC-10ATVP;电子天平 BS210S(Ma\* 210g d=0.1 mg)北京赛多利斯天平有限公司;流动相用甲醇、乙腈为色谱纯。

## 2 实验方法与结果

### 2.1 色谱条件

VP-ODS柱(150L×4.6);流动相:乙腈-0.1%磷酸水溶液(15:85);流速 1.0mL/min;检测波长 238nm。椐子苷对照品在此条件下的保留时间为 6.07min,椐子苷空白样品色谱图见图 1;对照品色谱图见图 2;供试品色谱图见图 3;供试品中椐子苷的理论塔板数 >4000。

### 2.2 实验溶液的制备

**2.2.1 椐子苷对照品溶液** 精密称取椐子苷对照品 2.3mg,置 10mL量瓶内,加甲醇溶解至刻度,精密吸取此液 1.2mL置 5mL量瓶内,加甲醇溶解至刻度即得 55.2μg/mL对照品溶液。

**2.2.2 供试品溶液** 称取三子汤约 1g精密称定重量(n=3)分别置于 60mL索氏提取器中,加石油醚(沸程 60~90℃):氯仿(3:1)40mL于水浴锅上加热脱脂 4h,放冷,弃去石油醚-氯仿混合液,药渣挥干。加甲醇 50mL加热回流提取 10h,取甲醇提取液置 50mL量瓶加甲醇稀释至刻度。将上述提取液各取 3份,每份 2mL,蒸干,通过中性氧化铝柱(3g,100~150目,内径 10~15mm,干法上柱)以甲醇(色谱纯)-水(重蒸馏水)(1:1)洗脱置 25mL量瓶中至刻度,摇匀,抽滤,即得。

**2.2.3 阴性样品溶液** 按处方制备不含椐子药材的供试品,同法制成阴性样品溶液,备用。

### 2.3 空白干扰实验

分别吸取阴性样品、椐子苷对照品和供试品溶液各 10μL,在上述色谱条件下进样测绘 HPLC 图谱,可知阴性样品对椐子苷的测定无干扰,而且椐子苷与其他组分可达到基线分离。

### 2.4 标准曲线的制备

精密吸取椐子苷对照品溶液 2.5, 5, 7.5, 10, 12.5μL 进样,测定椐子苷峰面积,以椐子苷进样量 X(μg)为横坐标,峰面积值 Y 为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程: Y = 1475373X - 5362, r = 0.999 9。结果表明,椐子苷进样量在 0.138~0.690μg 内峰面积与进样量具有良好的线性关系,结果见表 1。

表 1 椐子苷进样量与峰面积的关系

Tab 1 The relation between the sample size of Geniposide(μg) and the peak area(A)

进样量 /μg	峰面积积分值 A
0.138	201 131
0.276	403 010
0.414	596 465
0.552	811 927
0.690	1 014 680

### 2.5 精密度试验

取浓度为 55.2μg/mL 的对照品溶液及供试品液各 10μL,分别进样,重复 5 次测定峰面积。结果为对照品 RSD = 0.89%,供试品 RSD = 1.5%。

### 2.6 稳定性试验

精密吸取新制备的供试品溶液(批号 0749-200007),按供试品测定方法每隔 1h 进样测定 1 次,共测定 8 次,统计结果供试品中椐子苷含量的 RSD = 1.16%。

### 2.7 回收率试验

精密称取已知椐子苷的供试品 3 份(批号 0749-200007),分别加入一定量的椐子苷对照品,按供试品处理方法处理后进样 10μL 测定,计算椐子苷回收率,结果见表 2。

表 2 加样回收试验结果

Tab 2 The result of the experiment of recycling rate

编号	供试品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收 /%	RSD /%
1	4.326	3.7	8.039	100.4		
2	4.569	3.3	7.856	99.61	99.1	1.57
3	4.952	3.5	8.361	97.4		

### 2.8 供试品的测定

分别精密吸取各供试品液 10μL,注入液相色谱仪,测定峰面积,计算含量,结果见表 3。

表 3 三子汤中椐子苷含量

Tab 3 The content of Geniposide in the three sub soup (n=3)

批号	含量 /%	平均值 /%	RSD /%
蒙药厂	1.254		
	1.263	1.263	0.67
	1.271		
附属医院	1.965		
	1.941	1.938	1.5
	1.907		

## 3 讨论

**3.1** 椐子为三子汤中的主药之一,占组方的 1/3,椐子苷为其主要活性成分之一。为提高药品质量确保疗效,我们采用 HPLC 对三子汤进行了椐子苷的含量测定,为三子汤的质量标准研究奠定了良好基础。

**3.2** 三子汤由椐子、诃子、川楝子 3 味药组成,本试验采用索氏提取器用石油醚:氯仿回流提取纯化供试品,能使供试品中的椐子苷与其他成分得到良好分离。此法简便,易于操作,为蒙成药的质量分析提供了简便易行的方法。

## 参考文献

- [1] The Hygiene Bureau of Inner Mongolia Autonomous Region. Mongolian Medicine Standards of Inner Mongolia[S]. Chifeng: Inner Mongolian Science and Technology Press, 1984, 7: 264.
- [2] WANG X J. The Employment in the Research of Chinese Medicine with Hplc[M]. Harbin: Heilongjiang Science and Technology Press, 1994: 97.

收稿日期: 2006-03-30