

2.3 色谱条件的选择

曾选用反相色谱,采用不同比例水、乙腈、甲醇混合液作为流动相(ODS柱,检测波长为230 nm,流速为 $1.0\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$),发现氯沙坦钾出现双峰,后采用乙腈、甲醇、磷酸盐系统,结果氯沙坦钾拖尾,调节流动相pH 3.0~7.0,峰形略有改善,仍不满足要求。后采用乙腈-0.1%磷酸,峰形较好。氯沙坦钾

与相邻杂质峰能完全分离,基本符合分离要求。

参考文献:

- [1] 曾群英,麦伟颐. 氯沙坦治疗轻中度原发性高血压病的临床研究:附57例报告[J]. 新医学,1999,30(6) 317
- [2] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典[S]. 二部. 北京: 化学工业出版社,2000. 191

收稿日期:2004-12

HPLC 测定新疆红芪中芒柄花素的含量

海力茜,张 烜,徐建军,王 岩

(新疆医科大学药学院,新疆 乌鲁木齐 830054)

摘要: 目的 建立新疆红芪中芒柄花素(7-羟基-4'-甲氧基异黄酮)的含量测定方法。方法 采用HPLC测定。结果 平均回收率为99.48%,RSD=0.83%。**结论** 所建方法快速、灵敏、准确,样品处理简单。

关键词: 高效液相色谱;新疆红芪;芒柄花素

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0103(2005)05-0433-02

Determination of the formononetin in *Hedysarum austrosibiricum* b. Fedtsch. by HPLC

HAI Li-qian, ZHANG Xuan, XU Jian-jun, WANG Yan

(College of Pharmacy, Xinjiang Medical University, Urumqi 830054, China)

Abstract: **OBJECTIVE** To determine the formononetin in *Hedysarum austrosibiricum* b. Fedtsch. **METHODS** An HPLC method was used. **RESULTS** The average recovery was 99.48% with RSD of 0.83%. **CONCLUSION** This method is simple, sensitive and accurate.

Key words: HPLC; *Hedysarum austrosibiricum* b. Fedtsch.; Formononetin

CLC number: R927.2

Document code: A

Article ID: 1006-0103(2005)05-0433-02

新疆红芪(*Hedysarum austrosibiricum* b. Fedtsch.)为豆科(Leguminosae)岩黄芪属(*Hedysarum* Linn.)植物,分布于新疆的天山、阿尔泰地区,资源丰富;以根入药,主要用于补气、固表、利尿、托毒、排脓、敛疮生肌等功效;主治气短、心悸、慢性肾炎等。其有效成分芒柄花素的测定方法有HPLC法^[1,2]。为考察新疆红芪的品质,特采用HPLC测定其中芒柄花素的含量,该法简单易行、快速、灵敏、准确。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

美国Agilent 1100高效液相色谱仪(惠普化学工作站);SK2200H超声波清洗器(上海科导超声仪器有限公司)。芒柄花素对照品(从甘肃产多序岩黄芪根中提取分离,并经光谱分析鉴定纯度在99%以上);新疆红芪(采自新疆乌鲁木齐县南山,由新疆医科大学中医学院生药教研室乌丽娅鉴定);甲醇为色谱纯;水为重蒸水。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 色谱柱为Supelcosil LC-18(25 cm×4.6 mm,5 μm);柱温35℃;流动相为甲醇-水(58:42);流速 $0.8\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$;检测波长254 nm。

1.2.2 溶液的制备 精密称取芒柄花素对照品1.5 mg,用甲醇定容至10 ml,再精密吸取溶液0.10 ml,用甲醇定容至5 ml,得到芒柄花素的含量为 $3\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 的对照品溶液。

将新疆红芪粉碎过40目筛,精密称取0.2 g,置25 ml具塞锥形瓶中,加甲醇适量,超声30 min,过滤,滤液定容至10 ml量瓶中,得供试品溶液(0.45 μm微孔滤膜过滤后进样)。

1.2.3 线性及进样精密度考察 分别精密吸取对照品溶液各2、4、6、8、10、12 μl进样,按“1.2.1”项下条件测定。以峰面积为纵坐标,进样量(μg)为横坐标进行回归,回归方程为: $Y = 9.092 \times 10^3 X + 5.685$ ($r = 0.9998$),芒柄花素在0.006~0.036 μg范围内线性关系良好。精密吸取浓度为 $3\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 的对照

基金项目:新疆少数民族科技骨干人才特殊培养基金(2003-4)

作者简介:海力茜,女,副教授,从事天然药物的研究与开发。

品溶液 5 μl ,连续进样 5 次 ,测定相应峰面积为 142. 187、143. 662、142. 755、141. 915、143. 467 ,RSD = 0. 54 %。

1. 2. 4 稳定性的考察 取供试品溶液 ,每隔 2 h 进样一次 ,共 6 次 ,其峰面积的 RSD = 1. 1 % ,表明供试品溶液在 10 h 内稳定。

1. 2. 5 回收率的测定 精密称取样品粉末 0. 2 g ,共 6 份 ,分成 2 组 ,每组分别加入 3 μg · ml⁻¹对照品溶液 1、2 ml (各 3 份) ,同“ 1. 2. 6 ”项下方法操作。结果见表 1。

表 1 回收率的测定结果(μg)

Table 1 The results of recovery test (μg)					
Original	Added	Detected	Recovery/ %	$\bar{X}$ / %	RSD/ %
13. 04	3	16. 04	100. 00	99. 48	0. 83
13. 02	3	15. 86	98. 77		
13. 00	3	15. 78	98. 31		
13. 06	6	19. 04	99. 85		
13. 07	6	19. 14	100. 54		
13. 00	6	18. 92	99. 38		

1. 2. 6 样品的含量测定 取新疆红芪粉末 ,精密称取 0. 2 g ,共 5 份 ,按“ 1. 2. 2 ”项方法处理后制备供试品溶液 ,进样 5 μl ,再按“ 1. 2. 1 ”项下条件测定。色谱图见图 1 ,芒柄花素的 $t_R \approx 8$ min ,5 份样品中芒柄花素的平均含量为 65. 15 μg · g⁻¹ ,RSD = 1. 8 %。

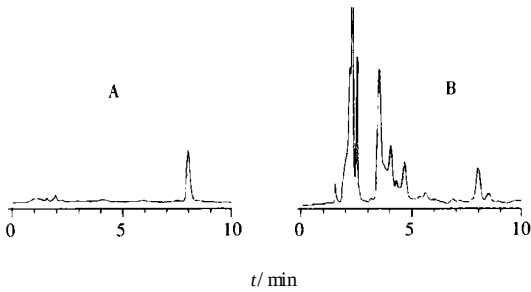


图 1 芒柄花素对照品(A)和样品(B)的色谱图
 Fig 1 HPLC spectrum of control(A) and sample(B)

2 讨论

从图 1 可见 ,在芒柄花素出峰处无干扰。新疆红芪为非正品红芪 (多序岩黄芪为正品红芪) ,故对其品质的考察非常重要 ,我们首次采用 HPLC 法对其异黄酮类成分进行含量测定 ,为岩黄芪属植物的品质鉴定提供了可靠依据。该法简单易行、快速、灵敏、准确。

参考文献：

[1] 饶伟文,王宝琴. 黄芪类中药中芒柄花素和毛蕊异黄酮的 HPLC 测定[J]. 中成药,1991,13(9):32
 [2] 胡芳弟,封士兰,赵键雄. RP-HPLC 法测定红芪中两种异黄酮类成分的含量[J]. 中药材,2003,26(9):634
 收稿日期:2005-03

RP - HPLC 测定板蓝根颗粒中腺苷的含量

苗爱东,巴 林,彭 燕,王本富,胡 辉
 (中国人民解放军第 474 医院,新疆 乌鲁木齐 830011)

摘要：目的 建立测定板蓝根颗粒中腺苷含量的方法。方法 采用 DiamonsilTM C₁₈ 色谱柱 (5 μm,4. 6 mm × 250 mm) ,流动相为甲醇 - 1 % 醋酸 (梯度洗脱) ,检测波长 270 nm ,流速 1 ml · min⁻¹。结果 腺苷在 0. 1 ~ 2 μg 范围内线性关系良好 ,平均回收率 101. 30 % ,RSD = 0. 89 % (n = 6) 。结论 该方法简便、快速、准确 ,可用于该制剂的质量控制。

关键词:板蓝根颗粒;腺苷;高效液相色谱法

中图分类号: R927. 2 文献标识码: A 文章编号: 1006 - 0103(2005)05 - 0434 - 03

Determination of adenosine in Banlangen granule

MIAO Ai - dong ,BA Lin , PENG Yan ,WANG Ben - fu ,HU Hui
 (The PLA 474 Hospital , Urumqi 830011 , China)

Abstract : OBJECTIVE To establish an RP - HPLC method to determine the content of adenosine in Banlangen granule. METHODS Samples were determined by RP - HPLC on a DiamonsilTM C₁₈ column. UV detection wavelength was at 270 nm ,taking CH₃OH - 1 % HAC as a mobile phase. RESULTS The average recovery was 101. 30 % with RSD of 0. 89 % (n = 6) . CONCLUSION The method is simple and accurate. It can be used to control the quality of Banlangen granule.

Key words : Banlangen granule ; Adenosine ; HPLC

CLC number :R927. 2 Document code :A Article ID :1006 - 0103(2005)05 - 0434 - 03

作者简介:苗爱东(1969~) ,男,四川自贡,博士,副主任药师,从事药物分析及质量标准研究工作。