

保肝颗粒中胡芦巴碱的含量测定

兰卫¹, 赵保胜², 景玉霞¹, 徐瞰海^{2*}

(1. 新疆名医名方与特色方剂学自治区重点实验室, 乌鲁木齐 830011;
2. 北京中医药大学, 北京 100029)

[摘要] 目的: 建立高效液相法测定保肝颗粒中胡芦巴碱含量的方法。方法: 以胡芦巴碱的含量为检验指标, Agilent ZORBA × NH₂ 柱色谱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相 水-甲醇-乙腈(20:40:40), 流速 1 mL·min⁻¹, 检测波长 265 nm, 进样量 10 μL, 柱温 40 °C。结果: 胡芦巴碱在进样量 5~25 μL($r = 0.999\ 9$), 线性关系良好, 平均回收率为 98.3% ($n = 9$), RSD% 1.63%。结论: 该方法操作简单、快速、专属性强, 其含量测定可为保肝颗粒的质量控制提供科学依据。

[关键词] 保肝颗粒; 胡芦巴碱; 高效液相; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)11-0129-03

[DOI] CNKI:11-3495/R.20120327.2700.008 **[网络出版时间]** 2012-03-27 14:48

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20120327.1448.008.html>

Determination of Content of Trigonelline in Baogan Granulas

LAN Wei¹, ZHAO Bao-sheng², JING Yu-xia¹, XU Tun-hai^{2*}

(1. Xinjiang Key Laboratory of Famous Prescription and Science of Formulas, Urumqi 830011, China;
2. Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100029, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a HPLC method for determination of trigonelline in Baogan granulas. **Method:** The content of trigonelline was determined by HPLC. The Agilent ZORBA × NH₂ column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was used and mobile phase was composed of water-methanol-acetonitrile (20:40:40). The flow rate of mobile phase was 1 mL·min⁻¹ and detection wavelength was at 265 nm and the column temperature was maintained at 40 °C. **Result:** The linear response range was from 5-25 μL ($r = 0.999\ 9$). The recovery rate was 98.3% ($n = 9$), RSD was 1.63%. **Conclusion:** HPLC method is simple, accurate and exclusive, which can provide the scientific basis for quality control of the Baogan granulas.

[Key words] Baogan granulas; trigonelline; HPLC; content determination

胡芦巴 *Trigonella foenum-graecum* L. 为豆科植物胡芦巴的干燥成熟种子, 为维吾尔族常用药材, 被自治区科技厅列为重点研究的药材。传统医学认为胡芦巴归肝、肾经, 主治腹肋胀满, 肾虚腰痛等症。胡芦巴化学成分丰富, 有黄酮类、甾体皂苷类、三萜类、生物碱类、香豆素类等, 胡芦巴碱是其主要成分。现代药理研究表明, 胡芦巴具有抗糖尿病、降胆固醇

及对急性化学性肝损伤的保护作用^[1]。

保肝颗粒由胡芦巴、葛根、甘草等中药组成, 具有降脂、保肝的作用。胡芦巴碱是其主要药效成分之一, 故对制剂中胡芦巴碱的含量进行测定。

1 材料

1.1 试剂 乙腈和甲醇为色谱纯(进口), 水为重蒸馏水, 无水乙醇等其他试剂均为分析纯。胡芦巴碱对照品(购买于中国生物制品检定所, 批号 110883-201008)。

1.2 仪器 日本岛津高效液相色谱仪, 电子天平(北京赛多利斯天平仪器厂), DZKW2C 型电子恒温水浴(北京光明医疗仪器厂), SHZ-D 型循环水式泵(河南巩义市英峪予华仪器厂)。

1.3 药材 胡芦巴、葛根、甘草购于新疆中新药业

[收稿日期] 20111110(006)

[基金项目] 新疆名医名方与特色方剂学重点实验室开放课题(20101015); 自治区中医药实验教学示范中心科研课题(20100528)

[第一作者] 兰卫, 副教授, 从事新药开发研究, E-mail: lanwei516@sina.com

[通讯作者] * 徐瞰海, 副教授, E-mail: thxu@yahoo.com

公司,按 2005 年版《中国药典》进行含量测定,均符合规定。保肝颗粒由新疆特丰药业有限公司提供,批号分别为 20100221,20100225,20100230。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Agilent ZORBA \times NH₂ 色谱柱(4.6 mm \times 250 mm, 5 μ m),流动相 水-甲醇-乙腈(20:40:40),流速 1 mL \cdot min⁻¹,检测波长 265 nm,进样量 10 μ L,柱温 40 $^{\circ}$ C。

2.2 溶液的制备^[2] 对照品溶液的制备:胡芦巴碱对照品 1.66 mg,精密称定,置 25 mL 量瓶中,50% 甲醇定容至刻度(对照品溶液质量浓度为 0.066 4 g \cdot L⁻¹)。

供试品溶液的制备:取颗粒 0.5 g,精密称定,置 10 mL 量瓶中,加 50% 甲醇 8 mL,超声 10 min,50% 甲醇定容至刻度,过滤,滤液高速离心,离心液做供试液。

阴性对照溶液的制备:除不含胡芦巴碱外,其余按处方比例和制备方法制备缺胡芦巴的样品液,按上述供试品溶液的制备方法制备,作为阴性样品溶液。

2.3 系统适用性和专属性试验 按上述条件进样,胡芦巴碱理论塔板数 $n = 12\ 151.6$,分离度 $R = 2.98$,拖尾因子 $f_s = 1.02$,均符合药典要求。对照品溶液、供试品溶液、阴性对照分别进样,结果如图 1,结果在样品图上对照品峰位置无干扰,说明本方法专属性好。试药:胡芦巴碱对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号 110883 - 201008),供含量测定用)。

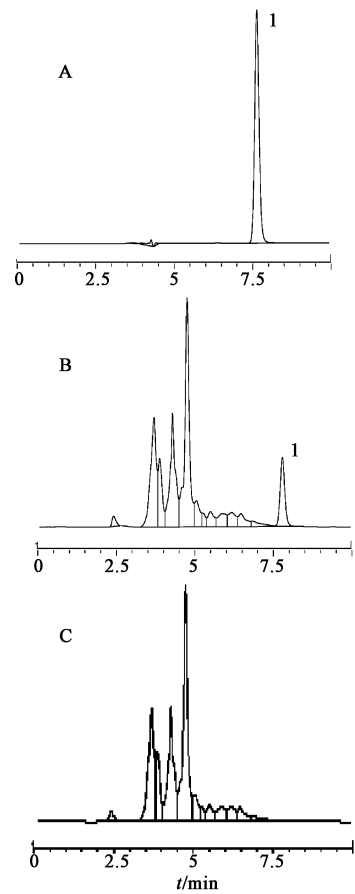
2.4 线性关系考察 胡芦巴碱对照品溶液,分别进样 5, 10, 15, 20, 25 μ L,以色谱峰面积为纵坐标,对照品进样量为横坐标,曲线为 $Y = 1\ 449\ 968.98X - 789\ 330$, (X 为胡芦巴碱进样量,单位 μ g, Y 为峰面积),对照液在 0.332 ~ 1.66 μ g 呈现良好的线性关系($r = 0.999\ 9$, $n = 5$)。

2.5 精密度试验^[3] 精密吸取上述对照品溶液,重复进样 5 次,测定胡芦巴碱峰面积值 RSD 0.026%,表明本法精密度良好。

2.6 稳定性试验^[4] 取同一份供试品溶液分别于 0, 4, 8, 12, 24 h,进样测定,峰面积 RSD 0.028%,试验结果表明供试品液在 24 h 内稳定性良好。

2.7 重复性试验^[5] 按拟定的含量测定方法,对同一批供试品,分别制备 5 份供试品溶液,测得峰面积 RSD 0.035%,表明本法重复性很好。

2.8 回收率试验^[5] 精密量取一定量样品,分别



A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照; 1. 胡芦巴碱

图 1 保肝颗粒 HPLC

精密加入一定量对照品或对照品溶液,按供试品溶液制备方法制备,再按色谱条件进行测定。见表 1。

表 1 胡芦巴碱加样回收率测定

No.	加入量/ μ g	测定量/ μ g	回收率/%	均值	RSD/%
1	0.000 0	0.300 0	-		
2	0.132 8	0.413 8	95.6		
3	0.132 8	0.421 1	97.3		
4	0.132 8	0.427 2	98.7		
5	0.332 0	0.632 6	100.1		
6	0.332 0	0.626 9	99.2	98.3	1.63
7	0.332 0	0.628 2	99.4		
8	0.464 8	0.768 6	100.5		
9	0.464 8	0.735 7	96.2		
10	0.464 8	0.750 3	98.1		

2.9 样品测定 依据上述的色谱条件和方法,分别测定 3 批保肝颗粒中胡芦巴碱的含量,每样平行测定 3 份,取平均值。结果见表 2。

根据实验结果确定颗粒各指标检测限为每包颗粒含胡芦巴碱不少于 10 mg。

毛菊苣与菊苣的红外光谱三级宏观指纹鉴定

杨伟俊^{1,2,4}, 罗玉琴¹, 再娜布², 满尔哈巴², 孙素琴³, 阿吉艾克拜尔·艾萨^{1*}

(1. 中国科学院新疆理化技术研究所, 乌鲁木齐 830011;

2. 新疆药物研究所维吾尔药重点实验室, 乌鲁木齐 830004;

3. 清华大学化学系, 北京 100084; 4. 中国科学院研究生院, 北京 100039)

[摘要] 目的:建立毛菊苣与菊苣的红外光谱鉴定方法。方法:运用红外光谱三级鉴定法对毛菊苣和菊苣进行了分析鉴定。结果:两种药材的红外光谱表明毛菊苣中多糖类和芳香类成分含量高于菊苣。1 800~1 300 cm^{-1} 区域的二阶导数红外光谱中,毛菊苣的 1 593 cm^{-1} 峰来自芳香类化合物,菊苣的 1 660 cm^{-1} 邻近峰来自蛋白质酰胺 I 带,毛菊苣的 1 593, 1 509, 1 421, 1 377 和 1 336 cm^{-1} 峰与菊苣有显著差异;1 200~700 cm^{-1} 区域的二阶导数红外光谱中,二者在 717 与 713 cm^{-1} 附近有相似的特征峰,而毛菊苣中的 1 062 和 957 cm^{-1} 峰与菊苣有明显差异。二维相关红外光谱中二者差异明显,在 1 800~1 500 cm^{-1} 区域,毛菊苣在 1 590 cm^{-1} 附近有很强的自动峰,在 1 660 cm^{-1} 附近有较弱的自动峰,菊苣在 1 700~1 500 cm^{-1} 区域内有非常宽的自动峰,且在 1 800~1 700 cm^{-1} 区域的自动峰也强于毛菊苣。菊苣在 1 120~880 cm^{-1} 波段有 2 个自动峰,而毛菊苣有 3 个自动峰。**结论:**红外光谱三级鉴定法可以简单、快捷、准确地对毛菊苣与菊苣进行生药鉴定。

[关键词] 菊苣; 红外光谱; 二阶导数红外光谱; 二维相关红外光谱; 鉴别

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)11-0131-05

[DOI] CNKI:11-3495/R.20120327.2700.013 **[网络出版时间]** 2012-03-27 17:05

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20120327.1705.013.html>

[收稿日期] 201111249004)

[基金项目] 新疆维吾尔自治区重大专项(201130105)

[第一作者] 杨伟俊,博士,副研究员, Tel:0991-2320292, E-mail:wilfred3106@163.com

[通讯作者] *阿吉艾克拜尔·艾萨,研究员,从事天然产物研究, Tel:0991-3835679, E-mail:haji@ms.xjb.ac.cn

表 2 颗粒样品测定

批号	胡芦巴碱/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
20100221	2.13
20100225	2.09
20100230	2.19
平均含量	2.14

3 讨论

本实验测得保肝颗粒中胡芦巴碱的平均含量 2.14 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$, 结果满意。但考虑到中药材受产地、采收季节、贮存时间等影响,本实验把胡芦巴碱含量下限拟定为 2.00 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。

在胡芦巴中胡芦巴碱是其主要药效成分,故对制剂中胡芦巴碱的含量进行测定很有实际意义。本文采用 HPLC 测定复方保肝颗粒中胡芦巴碱的含量,大大提高了实验的灵敏性与选择性,测定结果准

确可靠,专属性强。胡芦巴碱的含量测定可为保肝颗粒的质量控制提供依据。

[参考文献]

- [1] 赵怀清, 曲燕, 王学娅, 等. 高效液相色谱法测定胡芦巴中胡芦巴碱的含量[J]. 中国中药杂志, 2002, 27(3):194.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2005:167.
- [3] 吴地尧, 胡魁伟, 康琛, 等. 女贞子药材中甘露醇的含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2008, 14(7):8.
- [4] 郑晓珂, 董三丽, 冯卫生, 等. 冬凌草的质量控制研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2005, 11(2):10.
- [5] 陈英红, 黄恩喜, 姜瑞芝. 参皇霜质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2005, 11(3):13.

[责任编辑 邹晓翠]