

RP-HPLC 测定松龄血脉康胶囊中莽草酸的含量

吴俊珠, 周浓, 周梅, 陆安泽, 邹艳红  
(大理学院药学院, 云南 大理 671000)

[摘要] 目的: 采用 RP-HPLC 测定松龄血脉康胶囊中莽草酸的含量。方法: 色谱柱为 Venusil XBP-C<sub>18</sub> 色谱柱( 4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相甲醇-1% 磷酸水溶液( 3 97), 检测波长 214 nm, 流速 0.8 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 25 。结果: 莽草酸在 0.4 ~ 8.0 μg 呈良好的线性关系,  $r=0.999\ 8$ , 平均回收率为 98.87%。结论: 该方法准确、可靠、重复性好, 可为松龄血脉康胶囊的质量控制提供参考。

[关键词] 松龄血脉康胶囊; 高效液相色谱法; 莽草酸

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903( 2011) 05-0113-03

Determination of Shikimic Acid in Songling Xuemaikang Capsules by RP-HPLC

WU Jun-zhu, ZHOU Nong, ZHOU Mei, LU An-ze, ZOU Yan-hong  
( School of Pharmacy, Dali University, Dali 671000, China)

[ Abstract] **Objective:** To establish a RP-HPLC method for determination of the content of shikimic acid in Songling Xuemaikang capsules. **Method:** The separation was performed on a Venusil XBP-C<sub>18</sub> column( 4.6 mm × 250 mm, 5 μm) and detected at 214 nm at the flow rate of 0.8 mL·min<sup>-1</sup> using methanol -1% phosphoric acid ( 3 97) as the mobile phase. Column temperature was at 25 . **Result:** The good linear relation was showed in the ranges of 0.4-8.0 μg(  $r = 0.999\ 8$ ) for shikimic acid. The recovery was 98.87% . **Conclution:** The method had been successfully applied to determine shikimic acid in Songling Xuemaikang capsules. It can be used for quality control of Songling Xuemaikang capsules.

[ Key words] Songling Xuemaikang capsules; HPLC; shikimic acid

松龄血脉康胶囊是由鲜松叶、葛根、珍珠层粉组成的复方制剂, 具有平肝潜阳, 镇心安神的功效, 用于治疗高血压病及原发性高脂血症等<sup>[1]</sup>。研究表明, 松针提取液对高脂血症有较强的降脂作用<sup>[2]</sup>, 民间采用鲜松针水煎液治疗高血压获得满意效果<sup>[3]</sup>。据报道, 马尾松、华山松、云南松松针中均含有莽草酸<sup>[4-7]</sup>, 药理作用研究表明莽草酸具有较强的抑制血小板聚集作用<sup>[8]</sup>。然而, 《中国药典》中松龄血脉康胶囊的质量标准仅测定葛根中的葛根素的含量,

未见松龄血脉康胶囊中莽草酸含量测定的报道。本研究采用 RP-HPLC 测定松龄血脉康胶囊中莽草酸的含量, 为进一步完善该药的质量标准提供参考。

1 仪器与试药

1200 LC 高效液相色谱仪( 美国 Agilent 公司, 真空在线脱气机, 四元泵, 自动进样器, 柱温箱, UV 检测器, Agilent chemstation 化学工作站); KQ-250B 型超声波清洗器( 昆山市超声仪器有限公司); AL 204 电子分析天平( 瑞士 METTLER-TOLEDO); KL-UP-UV-20 型艾柯超纯水机( 台湾艾柯成都康宁实验专用纯水设备厂)。

莽草酸对照品( 成都曼思特生物科技有限公司, 批号 A0112, 经 HPLC 检测含量 ≥ 98%)。松龄血脉康胶囊( 成都康弘制药有限公司, 0.5g/粒, 批号分别

[ 收稿日期] 20101024( 003)  
[ 第一作者] 吴俊珠, 副教授, 硕士, 研究方向: 中药新剂型与新制剂, Tel: 0872-2257413, 13708663891, E-mail: jzh-wu1976@ yahoo. com. cn

为 090630, 091211, 100103, 100323, 100425, 100508, 100612)。甲醇为色谱醇(美国 Tedia 试剂公司), 磷酸( GR, 天津市科密欧化学试剂有限公司), 水为自制超纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Venusil XBP-C<sub>18</sub> 色谱柱( 4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相甲醇-1% 磷酸水溶液( 3 : 97), 检测波长 214 nm, 流速 0.8 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 25℃, 进样量 5 μL。理论塔板数按莽草酸峰计算大于 4 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取莽草酸对照品 0.010 0 g, 置 25 mL 量瓶中, 用超纯水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得对照品溶液( 每 1 mL 中含莽草酸为

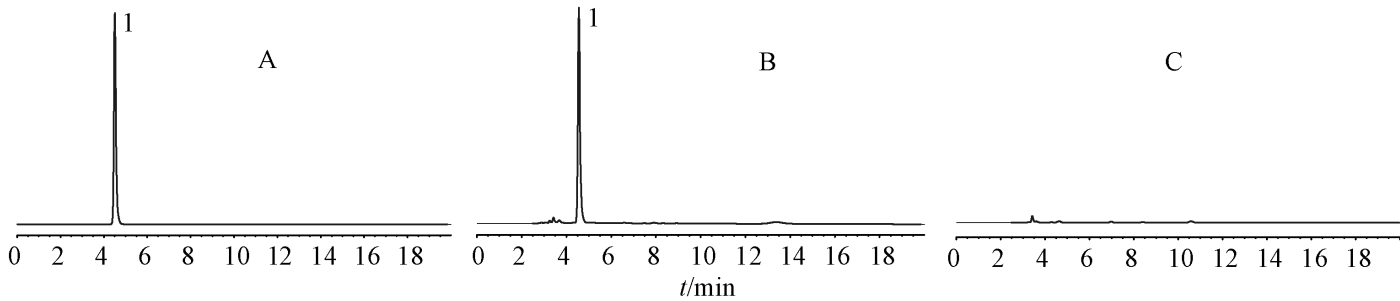


图 1 松龄血脉康色谱  
A. 对照品; B. 供试品; C. 缺松针的阴性对照; 1. 莽草酸

2.5 线性关系考察 分别精密吸取莽草酸对照品溶液( 含莽草酸 400.0 mg·L<sup>-1</sup>) 1, 2, 5, 10, 15, 20 μL, 注入液相色谱仪, 得进样量 C( μg) 与峰面积 A 的线性方程。结果表明, 莽草酸进样量在 0.4 ~8.0 μg 与峰面积成良好的线性关系, 回归方程为 A = 3 139.8C + 287.55 ( r = 0.999 8)。

2.6 精密度考察 精密吸取同一供试品溶液( 批号 100103), 进样 6 次, 每次 5 μL, 测定峰面积, 结果莽草酸 RSD 0.48%, 表明仪器精密度良好。

2.7 重复性试验 取同一批号松龄血脉康胶囊内容物样品 6 份( 批号 100103), 按 2.3 项下方法制备及 2.1 项下色谱条件测定, 结果莽草酸 RSD 0.87% ( n = 6), 表明本方法重复性良好。

2.8 稳定性试验 取同一批号松龄血脉康胶囊样品溶液( 批号 100103), 室温密闭放置, 分别在制备后 0, 4, 8, 12, 16, 24 h 进样, 测定莽草酸的峰面积, RSD 1.35% ( n = 6), 表明样品溶液在 24 h 内稳定。

2.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的松龄血脉康胶囊内容物约 0.25 g( 批号 100103), 共 9 份, 分别精密加入一定量的莽草酸对照品, 按 2.3 项下方法制备及 2.1 项下色谱条件测定, 结果见表 1。结果表明, 莽草酸的平均回收率为 98.87%, RSD 为 1.37%, 符合分析要求。

400.0 μg)。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 10 粒胶囊, 去除胶囊壳, 将内容物混匀, 取约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加水 60 mL, 室温浸泡 2 h, 200 W 超声处理 30 min, 重复 3 次, 提取液转移至 100 mL 量瓶中, 超纯水定容至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 阴性样品溶液的制备 按处方组成, 取除鲜松叶以外的其他药材( 葛根、珍珠层粉、淀粉、滑石粉、硬脂酸镁) 按工艺要求制成缺鲜松叶的胶囊剂。按 2.3 项下同法操作, 得阴性样品溶液。依 2.1 项下色谱条件测定, 结果在莽草酸出现的位置上无对应峰出现, 表明其他组分对测定无干扰, 见图 1。

表 1 莽草酸加样回收率试验

| 取样量<br>/g | 样品含量<br>/mg | 加入量<br>/mg | 测得值<br>/mg | 回收率<br>/% | 平均值<br>/% | RSD<br>/% |
|-----------|-------------|------------|------------|-----------|-----------|-----------|
| 0.250 2   | 15.94       | 12.7       | 28.54      | 99.65     |           |           |
| 0.250 7   | 15.97       | 12.7       | 28.11      | 98.05     |           |           |
| 0.250 2   | 15.94       | 12.7       | 27.95      | 97.59     |           |           |
| 0.250 6   | 15.97       | 15.9       | 31.32      | 98.27     |           |           |
| 0.250 9   | 15.99       | 15.9       | 32.15      | 100.82    | 98.87     | 1.37      |
| 0.251 0   | 15.99       | 15.9       | 31.27      | 98.06     |           |           |
| 0.250 8   | 15.98       | 19.1       | 34.41      | 98.09     |           |           |
| 0.250 6   | 15.97       | 19.1       | 35.51      | 101.25    |           |           |
| 0.250 4   | 15.96       | 19.1       | 34.37      | 98.03     |           |           |

2.10 样品测定 取 7 个不同批号的松龄血脉康胶囊各 3 份, 按 2.3 项下方法制备及 2.1 项下色谱条件测定, 莽草酸含量平均值见表 2。

3 讨论

3.1 供试品溶液制备方法的选择 试验中以水为提取溶剂采用超声提取, 分别考察了不同的提取温度、超声时间、提取次数对提取效果的影响, 试验表明, 室温、超声 30 min、提取 3 次可将松龄血脉康胶囊中的莽草酸基本提取完全, 该方法简单、快速。

3.2 色谱条件的选择 在周浓<sup>[6]</sup>和夏从龙<sup>[7]</sup>等实验研究的基础上, 比较了使用 Venusil XBP-C<sub>18</sub> 色谱

表 2 7 个批号松龄血脉康胶囊中莽草酸含量测定(  $n=3$ )

mg/粒

| No. | 批号     | 莽草酸    |
|-----|--------|--------|
| 1   | 090630 | 18. 51 |
| 2   | 091211 | 32. 34 |
| 3   | 100103 | 31. 86 |
| 4   | 100323 | 30. 20 |
| 5   | 100425 | 28. 04 |
| 6   | 100508 | 27. 63 |
| 7   | 100612 | 21. 02 |

柱( 4. 6 mm ×250 mm, 5 μm) 和 Agilent Zorbax XDB-  
C<sub>18</sub> 色谱柱( 4. 6 mm ×150 mm, 5 μm) 的效果, 从峰  
形、分离情况和出峰时间等方面进行综合分析, 选择  
前者为本次实验用色谱柱, 采用甲醇-1% 磷酸水溶  
液( 3 97) 为流动相, 检测波长 214 nm, 流速  
0. 8 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 25 , 获得的峰形对称且分离  
度较好, 保留时间适宜。

不同批号松龄血脉康胶囊中莽草酸含量存在一  
定的差异, 可能与生产该制剂所用的原料鲜松叶的  
采集时间不同有关。应用本方法测定, 莽草酸和制  
剂中的其他成分可完全分离, 样品制备方法简单, 测

定结果准确, 线性、精密度、重复性、回收率均符合中  
药分析要求, 方法简便、快速、准确且灵敏, 可作为松  
龄血脉康胶囊中莽草酸的质控方法。

[ 参考文献]

[ 1] 中国药典. 一部[ S] . 2010: 800.

[ 2] 王焰山, 张自文, 黄晓萍, 等. 松针提取液对实验性高脂  
血症及脂质过氧化作用的影响[ J] . 北京中医药大学  
学报, 2001, 24( 2) : 35.

[ 3] 陈术梅, 刘勤. 民间验方鲜松针治疗高血压 8 例[ J] . 中  
国民族民间医药杂志, 2001, ( 2) : 84.

[ 4] 毕跃峰, 郑晓珂, 刘宏民, 等. 马尾松松针化学成分的研究  
[ J] . 药学学报, 2001, 36( 11) : 832.

[ 5] 马廉举, 刘新. 反相离子对色谱法测定马尾松松针中莽  
草酸的含量[ J] . 中药材, 2008, 31( 1) : 63.

[ 6] 周浓, 夏从龙, 张海珠, 等. 高效液相色谱法测定华山松  
中莽草酸的含量[ J] . 大理学院学报, 2010, 9( 2) : 14.

[ 7] 夏从龙, 周浓, 刘光明, 等. 云南松中莽草酸含量的高效  
液相色谱法测定[ J] . 时珍国医国药, 2010, 21( 7) :  
1607.

[ 8] 马怡, 孙建宁, 徐秋萍, 等. 莽草酸对血小板聚集和凝血的  
抑制作用[ J] . 药学学报, 2000, 35( 1) : 1.

[ 责任编辑 顾雪竹]