

# HPLC 测定一通胶囊中番泻苷 A 的含量

马春娟<sup>1</sup>, 邱野<sup>2</sup> (1. 通化师范学院制药与食品科学系, 吉林通化 134002; 2. 吉林省长春市生物制品研究所, 吉林长春 130062)

**摘要** 采用 HPLC 法测定了一通胶囊中番泻苷 A 的含量。结果表明, 番泻苷 A 进样量在 0.062 ~ 1.240 μg 范围内与峰面积积分值具有良好的线性关系, 平均加样回收率为 97.91%。

**关键词** 一通胶囊; 番泻苷 A; HPLC

**中图分类号** O657.7 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2009)33-16211-02

## Determination on Content of Sennoside A in Yitong Capsule by HPLC

MA Chun-juan et al (Pharmaceutical and Food Science Department of Tonghua Normal University, Tonghua, Jilin 134002)

**Abstract** The content of sennoside A in Yitong capsule was determined by HPLC. The results showed that the injection volume of sennoside A had good linear relationship with integral value of its peak area at range of 0.062 - 1.240 μg, and the average recovery was 97.91%.

**Key words** Yitong capsule; Sennoside A; HPLC

一通胶囊由魔芋、何首乌、番泻叶三味名贵中药提炼精制而成。君药番泻叶为豆科植物狭叶番泻 (*Cassia angustifolia* Vahl) 或尖叶番泻 (*Cassia acutifolia* Felile) 的干燥小叶。具有泻热行滞、通便、利水等功效, 可用于治疗结积滞, 便秘腹痛, 水肿胀满等。药理试验表明, 番泻叶中泻下效用最强的为双蒽酮类化合物<sup>[1]</sup>, 而双蒽酮类化合物是番泻苷在大肠内的代谢产物。《中国药典》2005 年版、英国药典 (BP1998)<sup>[2]</sup> 均采用紫外分光光度法, 以番泻苷 B 计算总苷量, 该方法整个操作过程需在避光条件下进行, 操作流程长, 步骤繁琐, 操作条件要求苛刻。笔者采用高效液相色谱法测定了番泻叶中番泻苷 A 的含量<sup>[3]</sup>, 操作简单, 重现性好, 可作为该复方制剂的含量控制指标, 为药物研发和临床应用提供科学依据。

## 1 材料与与方法

### 1.1 仪器与试剂

**1.1.1 仪器。**日本岛津公司生产的 LC-2010 溶液输送泵, SPD-10A<sub>VP</sub> 紫外检测器及自动进样器; CIASS-VP 数据处理系统; UV-752 型紫外分光光度计 (上海第三分析仪器厂生产)。

**1.1.2 试剂。**番泻苷 A 对照品 (批号: 110825-200601, 中国药品生物制品检定所提供); 甲醇、四氢呋喃、色谱纯由山东禹王实业有限公司禹成化工厂生产; 其他试剂均为分析纯。

### 1.2 方法

**1.2.1 色谱条件。**色谱柱: Shim-pack C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250.0 mm, 5 μm), 柱温为室温; 流动相为四氢呋喃-水-醋酸 (13:85:2), 流速为 1 ml/min; 检测波长为 214 nm。理论塔板数按番泻苷 A 峰计算应不低于 4 000。

此色谱条件下, 供试品在对照品色谱相同保留时间处有色谱峰, 与其他组分基本达到基线分离,  $R > 1.5$  (图 1、2)。

**1.2.2 对照品溶液的制备。**精密称取番泻苷 A 对照品适量, 用 0.1% NaHCO<sub>3</sub> 溶液制成每 100 ml 含 6.20 mg NaHCO<sub>3</sub> 的溶液, 即得对照品溶液。

**1.2.3 供试品溶液的制备。**取供试品内容物 1 g (精密称定), 置 250 ml 锥形瓶中, 精密加入 0.1% NaHCO<sub>3</sub> 溶液 100 ml, 超声处理 30 min, 取出, 冷却, 称重, 用 0.1% NaHCO<sub>3</sub> 溶液补足减失的重量, 混匀, 过滤, 精密吸取续滤液 50 ml, 用水

**作者简介** 马春娟 (1981-), 女, 吉林长岭人, 讲师, 从事药物新剂型的研究。

**收稿日期** 2009-07-08

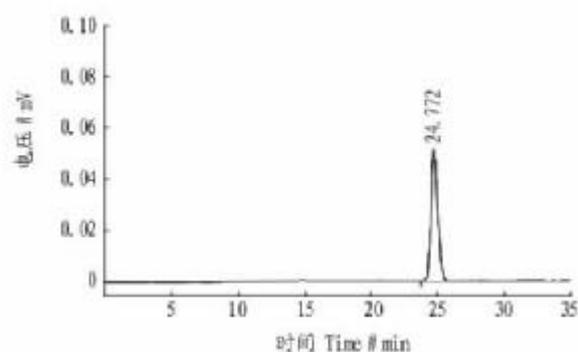


图 1 番泻苷 A 标准品溶液色谱图

Fig. 1 The standard substance solution of sennoside A

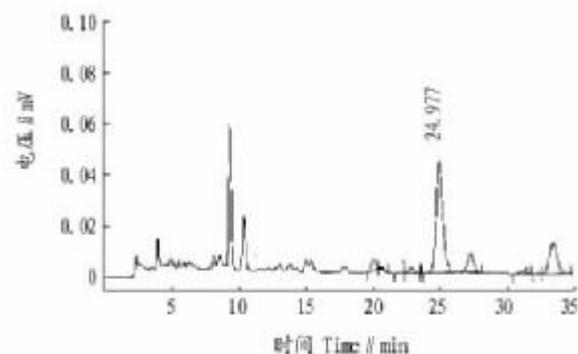


图 2 供试品溶液色谱图

Fig. 2 The solution of test samples

饱和的正丁醇提取 3 次, 每次 50 ml, 合并正丁醇层, 回收正丁醇, 残渣用适量 0.1% NaHCO<sub>3</sub> 溶液溶解, 定量转移至 10 ml 容量瓶中, 定容, 作为供试品溶液。

**1.2.4 线性关系考察。**精密称取番泻苷 A 对照品 0.62 mg, 加甲醇定容至 10 ml, 制成 62 μg/ml 的溶液, 精密吸取此溶液 1、5、10、15、20 μl, 注入液相色谱仪测定。以峰面积积分值为纵坐标, 番泻苷 A 进样量为横坐标绘制标准曲线。结果表明, 在 0.062 ~ 1.240 μg 范围内, 番泻苷 A 峰面积积分值与其含量具有线性关系, 回归方程为  $Y = -400\ 405 + 446\ 209X$  ( $r = 0.999\ 9$ )。

**1.2.5 干扰因素考察。**分别吸取番泻苷 A 对照品溶液、供试品溶液、番泻叶药材溶液、溶剂及番泻苷 A 阴性对照液各 10 μl, 按番泻苷 A 含量测定方法分别进样, 要求番泻苷 A 阴性溶液在番泻苷 A 出峰处无吸收, 其他药材中的成分对番泻

叶 A 的含量测定结果无影响。

**1.2.6 稳定性试验。**取同一供试品溶液,分别在放置 0、2、4、6、8 h 后精密吸取 10  $\mu$ l 进样,测定供试品中番泻苷 A 的含量。以测定结果的相对偏差反映方法的稳定性。

**1.2.7 精密度试验。**按“1.2.3”方法制备供试品溶液 1 份,精密吸取此溶液 10  $\mu$ l,重复测定 5 次,以测定结果的相对偏差反映方法的精密度。

**1.2.8 重现性试验。**取同一批号样品,重复测定 5 次,计算番泻苷 A 的平均含量。

**1.2.9 加样回收率试验。**分别精密称取已知番泻苷 A 含量(0.86 mg/粒)的样品 1 g 共 5 份,置锥形瓶中,精密加入番泻苷 A 对照品 5.1 mg,按番泻苷 A 含量测定方法进样,测定平均加样回收率。

**1.2.10 样品番泻期 A 含量测定。**分别精密吸取供试品溶液和对照品溶液各 10  $\mu$ l,注入高效液相色谱仪,测定番泻苷 A 的含量。

## 2 结果与分析

**2.1 干扰因素考察结果** 由图 3、4 可知,番泻苷 A 阴性溶液液相色谱图中番泻苷 A 基本无吸收,所以可认为其他药材中的成分对番泻苷 A 的含量测定无影响。

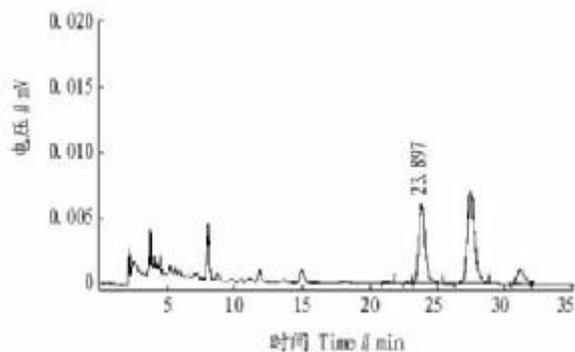


图3 药材溶液液相色谱图

Fig.3 The solution of medicinal materials

**2.2 稳定性试验结果** 8 h 内番泻苷 A 的含量基本无变化,  $RSD = 0.89\%$ ,说明方法的稳定性较好。

**2.3 重现性试验结果** 5 次测定番泻苷 A 的平均含量为 0.86 mg/粒,  $RSD = 1.86\%$ ,说明方法的重现性较好。

**2.4 加样回收率试验结果** 5 份样品的平均加样回收率为

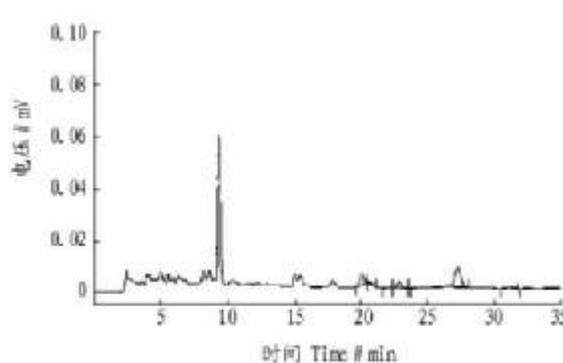


图4 阴性对照液液相色谱图

Fig.4 The solution of negative control

97.91%,  $RSD = 1.72\%$ ,说明方法的加样回收率较高。

**2.5 样品中番泻苷 A 含量测定结果(表 1)** 经测定,样品中番泻苷 A 的平均含量为 0.87 mg/粒。

表 1 一通胶囊中番泻苷 A 的含量测定结果

Table 1 The determination results of sennoside A in Yitong Capsule

批号 No. of batches	含量 Content //mg/粒		批号 No. of batches	含量 Content //mg/粒	
	I	II		I	II
071001	0.87	0.91	071006	0.88	0.84
071002	0.86	0.82	071007	0.85	0.91
071003	0.89	0.88	071008	0.87	0.90
071004	0.84	0.85	071009	0.84	0.85
071005	0.90	0.89	071010	0.82	0.87

## 3 讨论

**3.1 最大吸收波长的确定** 取番泻苷 A 对照品溶液,采用紫外分光光度法,在 200 ~ 400 nm 波长范围内测定其光密度,发现其在 214 nm 处有最大吸收,因此选择 214 nm 为检测波长。

**3.2 方法学考察** 该试验采用高效液相色谱法测定一通胶囊中番泻苷 A 的含量,操作简单,重现性好,测定结果精确可靠,可作为该复方制剂含量的测定方法。

## 参考文献

- [1] 徐国均,何宏贤,徐铭珊,等. 中国药理学[M]. 北京:中国医药科技出版社,1996.
- [2] 英国药理学学会. British pharmacopoeia 1998 [M]. The Stationery Office, 1998.
- [3] 吕馨华,吕归宝. HPLC 法测定番泻叶中番泻苷 A 及番泻苷 B 的含量[J]. 中国药品标准,2002,3(5):48-50.
- [4] LEITNER A, PETER Z, WOLFGANG L. Determination of the metabolites of nitrofurantoin antibiotics in animal tissue by high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Chromatography A, 2001, 939: 49-58.
- [5] GOTTSCALL D W, WANG R. Depletion and bioavailability of [14C] furazolidone residues in swine tissues [J]. J Agric Food Chem, 1995, 43: 2520-2525.
- [6] 郭德华,汪国权. 高效液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中硝基呋喃类代谢物残留量[J]. 化学分析计量, 2005, 14(4): 16-18.
- [7] CONNEELY A, NUGENT A, KEEFE M O, et al. Isolation of bound residues of nitrofurantoin drugs from tissue by solid-phase extraction with determination by liquid chromatography with UV and tandem mass spectrometric detection [J]. Ana Chim Acta, 2003, 483: 91-98.

(上接第 16199 页)

振荡时间要适当延长。调酸时, pH 值一定要保持在 7.0 ~ 7.5。而且,每批次样品中要带入 1 个阴性样品作为质量控制,防止交叉污染。整个试验过程最好在 1 d 内完成,避免试验过程太长。

## 参考文献

- [1] 郭桢,连瑾,吴淑君. 动物源性食品中呋喃唑酮及其代谢物的检测[J]. 广东农业科学, 2005(5): 57-59.
- [2] Official Journal of European Communities. Commission Regulation (EC) 1442/951 [S]. 1995: 26-30.
- [3] 彭涛,邱月明,李淑娟,等. 高效液相色谱-串联质谱法测定动物肌肉中硝基呋喃类抗生素代谢物[J]. 检验检疫科学, 2003, 13(6): 23-25.