

高效液相色谱法测定益康胶囊中的红景天苷

蔡伟江*, 陈彩云

(汤臣倍健股份有限公司, 珠海 519040)

摘要: **目的** 建立高效液相色谱法测定益康胶囊中红景天苷含量的方法, 为保健品中红景天的测定提供检测和质量控制参考。**方法** 采用甲醇对样品进行超声处理, 经色谱柱(C₁₈, 4.6 mm×250 mm, 5.0 μm, 安捷伦), 流动相: 乙腈: 水=9:91(V:V)等度洗脱, 柱温: 40 °C, 检测波长: 215 nm, 流速: 1.0 mL/min, 采用外标法定量。**结果** 结果表明, 红景天苷在 0.016~0.16 mg/mL 范围内具有良好的线性关系($r^2=1.0000$), 检出限为 0.63 μg/g, 定量限为 2.1 μg/g, 精密度(RSD)为 0.5%, 平均回收率 97.4% ($n=9$)。**结论** 此法操作简单、准确、快速, 可作为益康胶囊中红景天苷含量的检测方法。

关键词: 红景天苷; 高效液相色谱法; 含量测定

Determination of salidroside in Yikang capsules by high performance liquid chromatography

CAI Wei-Jiang*, CHEN Cai-Yun

(By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the content determination and quality control of salidroside in Yikang capsules by high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** The samples were pretreated by methyl alcohol and dissolved in ultrasonic apparatus. The chromatographic analysis was performed on a C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm) by isocratic elution with mobile phase of acetonitrile:water (V:V=9:91), column temperature at 40 °C, flow rate of 1.0 mL/min, and detection wavelength at 215 nm, and quantified by external standard method. **Results** The results showed that the salidroside had a good linearity in the range of 0.016~0.16 mg/mL ($r^2=1.0000$). The limit of detection was 0.63 μg/g, the limit of quantification was 2.1 μg/g, the precision (RSD) was 0.5%, and the average recovery was 97.4% ($n=9$). **Conclusion** The method is simple, accurate and fast, and can be used to determine the content of salidroside in Yikang capsules.

KEY WORDS: salidroside; high performance liquid chromatography; determination of content

1 引言

红景天是景天科(Crassulaceae)红景天属(*Rhodiola*)植物, 其根、根茎或全草既可作药用也可用作保健食品。红景天具有滋补强身、抗氧化、抗疲劳、提高体力、延缓机体衰老等功能^[1]。研究表明红景天

苷具有保护心脑血管系统、调节免疫系统、提高缺氧耐受力、缓解体力疲劳抗辐射、抗肿瘤抗反应性抗纤维化等多种药理作用^[2-4]。红景天的主要有效成分红景天苷(salidroside)。测定红景天苷的方法较多, 主要有高效液相色谱法^[5-10]、薄层-紫外法^[11]和气相色谱法^[12]。而本文主要是针对以红景天提取物为原料, 按

*通讯作者: 蔡伟江, 中药师, 主要研究方向为保健食品的质量检测。E-mail: 714524253@qq.com

*Corresponding author: CAI Wei-Jiang, Herbalists, By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China. E-mail: 714524253@qq.com

照一定配方制成的益康胶囊里红景天苷的检测方法进行的研究。益康胶囊里添加许多提取物,而这些提取物对红景天苷的检测会有一些影响,主要是通过优化其色谱条件来进行良好分离。

2 材料与方法

2.1 仪器和试剂

红景天苷标准品(来源:中国药品生物制品检定所,批号:110818-201005,纯度:99.9%);乙腈(色谱纯,德国CNW公司);蒸馏水;甲醇(分析纯,广州化学试剂厂);益康胶囊(汤臣倍健股份有限公司)。

超声波清洗器(EQ-500,昆山市超声仪器有限公司);高效液相色谱仪(20A,日本岛津公司);高速台式离心机(TGL-10C,上海安亭科学仪器厂);色谱柱(C₁₈,4.6 mm×250 mm,5.0 μm,美国安捷伦公司)。

2.2 色谱条件

色谱柱 C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5.0 μm);柱温:40 °C;检测波长:215 nm;流速:1.0 mL/min;流动相:乙腈:水=9:91(V:V)。

2.3 标准品溶液的配制

精确称取红景天苷标准品 20.55 mg 于 25 mL 容量瓶中,加入甲醇溶解后,加甲醇定容至刻度。精密吸取 0.5、1.0、1.5、2.0、5.0 mL 于 25 mL 容量瓶中,配成浓度为 0.016、0.033、0.049、0.066、0.164 mg/mL 的标准溶液。

2.4 供试品溶液的配制

取试样 20 粒(片)或 10 g(若试样为胶囊,应取内容物),研细,混合均匀,称取试样 0.4 g 置于 50 mL 容量瓶中,加入甲醇,35 度超声(功率 500 W,频率 50 kHz),处理至提取完全(约 20 min),取出,放冷,定容,摇匀,离心,经 0.45 μm 的滤膜过滤,待用。

2.5 线性实验

将配成浓度为 0.016、0.033、0.049、0.066、0.164 mg/mL 的标准溶液。经 0.45 μm 的微孔滤膜过滤,进行 HPLC 分析,记录色谱图,以标准品的浓度为横坐标,标准品的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,求得回归方程。

2.6 精密度实验

精密称取样品 6 份,按 2.4 供试品制备方法处理

样品,检测样品含量,计算其 RSD(%)。

2.7 加标回收率实验

精密称取约 0.4 g 样品 9 份,置于 50 mL 容量中,分成 3 组,每组 3 份,于每一组中分别精密加入红景天苷标准使用液(浓度为 0.821 mg/mL)各 3 个不同梯度的量,按 2.4 供试品制备方法处理样品,经 0.45 μm 的微孔滤膜过滤,即为加标溶液。

3 结果与讨论

3.1 标准曲线确证结果

测定红景天苷的标准曲线见图 1,其标准方程为 $Y=6.7E+6X+1968.2(r^2=1.0000)$,线性范围为 0.016~0.164 mg/mL 内具有良好的线性。

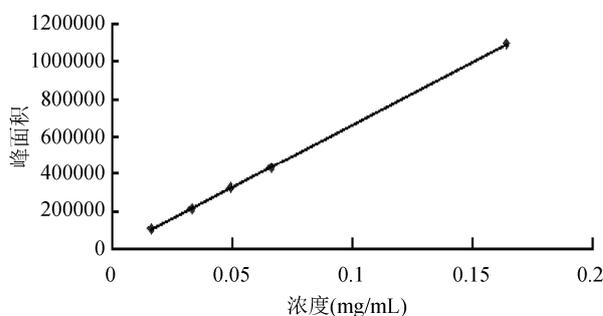


图 1 红景天苷标准品曲线图

Fig. 1 The standard curve of salidroside

3.2 检出限和定量限

分析方法的检出限 DL 和定量限 QL 由信噪比 (S/N) 计算。DL 定义为 $S/N=3$ 时对应的待分析浓度,QL 定义为 $S/N=10$ 时对应的待分析浓度。

3.2.1 检出限

将浓度为 0.005047 μg/mL 的对照溶液进样,通过工作软件的计算得 $S/N=3$ 。按实际样品的处理过程计算,方法的检出限为: $0.005047 \mu\text{g/mL} \times 50 \text{ mL} / 0.4 \text{ g} = 0.63 \mu\text{g/g}$ 。

3.2.2 定量限

取信噪比=10:1 定为检测浓度, $DL=0.016823 \mu\text{g/mL}$,按照实际样品的处理过程计算,方法的检出限为: $0.016823 \mu\text{g/mL} \times 50 \text{ mL} / 0.4 \text{ g} = 2.1 \mu\text{g/g}$ 。

3.3 精密度实验

红景天苷的精密度结果见表 1,6 个样品的含量范围为 349.13~353.18 mg/100 g,平均含量 350.4

mg/100 g, 相对标准偏差(RSD)为 0.5%, 表明该方法有良好的精密度。

3.4 回收率实验

红景天苷在 3 个不同添加水平下浓度的回收率结果见表 2, 3 个浓度下样品中的红景天苷的提取平均回收率为: 97.4%, 相对标准偏差(RSD)小于 1.0%。

3.5 实际样品的测定

在确定的色谱条件下, 在与红景天苷标准品色谱

峰相对应的位置上, 能把样品中红景天苷与其他杂质峰进行分离, 如图 1 所示, 分离效果良好, 同时也不会受杂质峰的影响。用乙腈-水作流动相, 是分离红景天苷常用的方法。本文用了不同比例的乙腈-水, 结果表明当乙腈-水 9:91 时分离效果最好。若乙腈的比例加大, 保留时间虽然缩短, 但红景天苷与杂质的分离度不好, 则分离度下降, 达不到基线良好分离。

表 1 精密度的实验($n=6$)
Table 1 The precision of the experiment ($n=6$)

序号	称样量(g)	浓度(mg/mL)	含量(mg/100 g)	平均含量(mg/100 g)	RSD(%)
1	0.4221	0.02958	350.39	350.4	0.5
2	0.4291	0.03031	353.18		
3	0.4225	0.02963	350.65		
4	0.4217	0.02946	349.30		
5	0.4229	0.02953	349.13		
6	0.4233	0.02960	349.63		

表 2 加标回收率实验($n=9$)
Table 2 Standard addition recovery experiment ($n=9$)

序号	测得加标量(mg)	实际加标量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	1.2708210	1.3138848	96.72	97.4	0.8
2	1.2859362	1.3138848	97.87		
3	1.2934014	1.3138848	98.44		
4	1.5798350	1.6423560	96.19		
5	1.5997668	1.6423560	97.40		
6	1.5899434	1.6423560	96.80		
7	1.9153874	1.9708272	97.18		
8	1.9386706	1.9708272	98.36		
9	1.9224276	1.9708272	97.54		

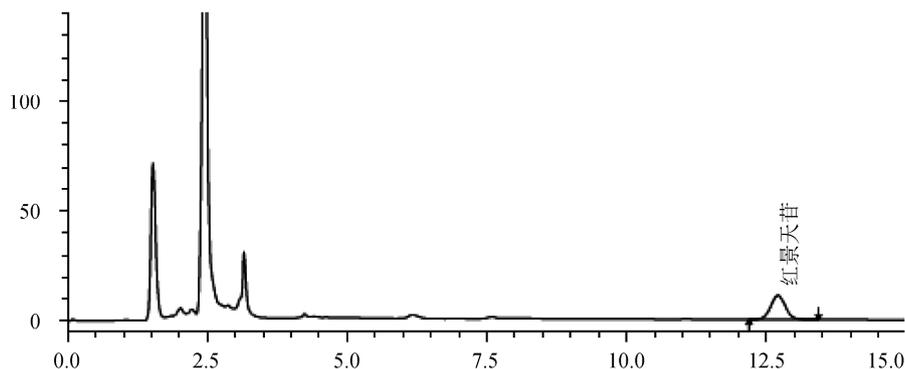


图1 样品的色谱图

Fig. 1 Chromatogram of sample

4 结论

本文通过甲醇对样品进行溶解, 经色谱柱 C_{18} (4.6 mm×250 mm, 5.0 μ m), 能把益康胶囊中的红景天苷进行分离, 并进行定量检测。通过测定其线性范围、检出限、定量限、精密度和回收率实验, 结果符合要求。表明该方法适用于测定益康胶囊中红景天苷的含量检测。

参考文献

- [1] 高秋娜. 红景天的药理与临床研究概述[J]. 河南中医, 2001, 21(2): 76-77.
Gao QN. Summary of the pharmacology and clinical research of rhodiola [J]. Henan J Tradit Chin Med, 2001, 21(2):76-77.
- [2] 张丽楠, 李屹, 刘永琦, 等. 红景天苷现代药理研究进展[J]. 临床荟萃, 2011, 26(21): 1931-1933.
Zhang LN, Li Q, Liu YQ, *et al.* Research progress of pharmacological effect of salidroside [J]. Clin Meta, 2011, 26(21): 1931-1933.
- [3] 胡敏. 红景天苷对心血管系统作用的研究[J]. 外医学心血管疾病分册, 2003, 30(5): 298-300.
Hu M. Research the effect of salidroside on cardiovascular system [J]. Cardio Dis Med Sci, 2003, 30(5): 298-300.
- [4] 陈辉, 崔颖, 李灵芝. 红景天苷及其类似物合成研究进展[J]. 天津药学, 2011, 23(5): 28-33.
Chen H, Cui Y, Li LZ. Research progress in synthesis of salidroside and its analogues [J]. Tianjin Pharm, 2011, 23(5): 28-33.
- [5] 王洋, 张璞, 于涛, 等. 高效液相色谱法测定红景天甙含量方
法的研究[J]. 木本植物研究, 2001, 21(1): 113-115.
Wang Y, Zhang P, Yu T, *et al.* Research the method for the determination of salidroside content by high performance liquid chromatography [J]. Res Woody Plants, 2001, 21(1): 113-115.
- [6] 彭江南, 陈浩. 高效液相色谱法测定红景天中红景天甙和酪醇的含量[J]. 药物分析杂志, 1995, 4: 21-23.
Peng JN, Chen H. Determination of the content of salidroside and tyrosol in rhodiola by high performance liquid chromatography [J]. Chin J Pharm Anal, 1995, 4: 21-23.
- [7] 张立海, 宋友华, 孙春华, 等. 反相高效液相色谱法测定女贞子中红景天苷的含量[J]. 中国药理学杂志, 2001, 36(11): 760-761.
Zhang LH, Song YH, Sun CH, *et al.* Determination of salidroside content in *Fructus ligustri lucidi* by reversed phase high performance liquid chromatography [J]. China Pharm J, 2001, 36(11): 760-761.
- [8] 王晓勤. HPLC 测定 6 种青海产红景天植物中红景天苷的含量[J]. 中国药理学杂志, 2000, 35(8): 30-34.
Wang XQ. Determination of 6 kinds of content of rhodiola salidroside in Qinghai by HPLC [J]. China Pharm J, 2000, 35(8): 30-34.
- [9] 姜舜尧. HPLC 法测定高山红景天胶囊中红景天苷的含量[J]. 中成药, 2001, 23(12): 927-928.
Jiang SR. Determination of salidroside in rhodiola capsules by HPLC [J]. Tradit Chin Med, 2001, 23(12): 927-928.
- [10] 陈志英, 陈玉婷, 王丹红. HPLC 测定不同品种红景天中红景天苷的含量[J]. 色谱, 2006, 31(11): 939-941.
Chen ZY, Chen YT, Wang DH. Determination of the content of different varieties of rhodiola salidroside by HPLC [J]. J Chin

Chromatogr, 2006, 31(11): 939-941.

[J]. China J Chin Mater Med, 1998, 6: 365-366.

- [11] 安丰, 岳松健, 果德安. 薄层—紫外法测定 8 种红景天属植物中红景天甙的含量[J]. 中草药, 1994, 9: 466-467.

(责任编辑: 白洪健)

An F, Yue JS, Guo DA. Determination of 8 kinds of Hongjingtian rhodiola glycoside in TLC-UV method [J]. Chin Herb Med, 1994, 9: 466-467.

- [12] 康胜利, 王晋. 气相色谱法测定红景天属植物中红景天甙及百脉根甙的含量[J]. 中国中药杂志, 1998, 6: 365-366.

Kang SL, Wang J. Content determination of rhodiola genus in gas chromatography of salidroside and lotus japonicus saponins

作者简介



蔡伟江, 中药师, 主要研究方向为保健食品的质量检测。

E-mail: 714524253@qq.com

“农副产物综合利用”专题征稿函

农副产物包括大宗农产品在采后加工利用过程中产生的副产物, 也包括有一定商品开发价值或营养价值的小宗农产品。我国农副产物资源丰富, 每年农产品的加工利用产生种类众多的食品和相关制品, 但同时也产生大量副产物, 致使资源得不到充分利用以及造成环境污染。提高农副产物资源的综合利用水平, 实现农产品加工的全利用和零排放, 同时使农副产物增值, 实现农产品加工的可持续发展, 已经成为当今世界各国农产品精深加工与利用和产业升级所面临的重要课题。

基于此, 本刊特别策划“农副产物综合利用”专题, 由四川大学的何强教授担任专题主编。专题将围绕果蔬副产物(皮、渣、籽、壳、叶、茎、根、花等)、粮油副产物(麸皮、胚芽、米糠、饼粕、玉米芯、皮壳、皂脚等)、畜、禽、水产副产物(毛、皮、骨、内脏、腺体、血液等)以及有一定商业价值的小宗农产品(芳香植物、南瓜等)等各类农副产物资源的综合利用技术展开。计划在 2015 年 10 月正式出版。

本刊主编 吴永宁 研究员 以及专题主编 何强 教授 特别邀请您为本专题撰稿, 展示与交流您在相关领域的研究成果与学术发现, 以期农副产物增值与综合利用技术研究提供指导方向。请您请在 2015 年 9 月 30 日前通过网站或 Email 投稿。我们将快速处理并优先发表。

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com

Email: jfoodsq@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部