

图 2 槲皮苷洗脱曲线

Fig. 2 Desorption curve of quercetin

品,经 HPLC 测定分析,考察 AB-8 型号树脂的吸附量,洗脱率以及样品中槲皮苷的质量分数。结果 AB-8 树脂的吸附量为 26.8 mg/g,洗脱率为 91.6%,槲皮苷的质量分数为 321.8 mg/g。对上柱液也进行浓缩干燥处理,粗提物中槲皮苷的收率为 1.82%。

3 讨论

一般说来,树脂吸附性能的优劣是有其化学和物理结构决定的,树脂的极性(功能基)和空间结构(孔径、比表面积、及孔容)是影响其吸附性能的重要因素。研究结果显示:极性的 HPD-600 大孔吸附树

脂和弱极性的 AB-8 型大孔吸附树脂对侧柏叶提取液中槲皮苷的吸附量均较大,可能与槲皮苷具有较强的极性有关。另一方面,在某些情况下吸附作用力强,解析起来也会困难一些,如 HPD-600 型大孔吸附树脂的吸附量大,但解析率较低。

实验表明,AB-8 型大孔吸附树脂对槲皮苷有较大静态吸附量,也容易解吸附,表现出较好的综合分离纯化能力;同时,其动态吸附、脱附性能也较好。吸附量达 26.8 mg/g;6.5 倍床体积的 70%乙醇可将吸附在树脂上的样品洗脱下来,解吸率达 91.6%。因此,本方法可以用来分离纯化侧柏叶中槲皮苷。

References:

[1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.
 [2] Jiangsu New Medical College. Dictionary of Chinese Materia Medica (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1986.
 [3] Ding H, Liu H M, Liang T. The effect of anthoxanthin in *Platycladus orietalis* (L) Framco on oxidation in human RBC induced by H₂O₂ [J]. *Prac Clin Med* (实用临床医学), 2003, 3 (4): 30-31.
 [4] Cheng L F, Tian Y. In oriental *Arborvitae* leaf effective component content change research [J]. *Shizhen J Tradit Chin Med Res* (时珍国药研究), 1995, 6(4): 15-16.

RP-HPLC 法测定金屏风胶囊中菊苣酸

邵国良, 邵建峰

(正大青春宝药业有限公司, 浙江 杭州 310023)

紫锥菊 *Echinacea purpurea* L. 为紫菀科的全草,连续数年入选美国最畅销植物药行列^[1]。近几年我国已从北美和欧洲引进了该药材。我公司为了市场需要已研制成含紫锥菊的制剂-金屏风胶囊。金屏风胶囊系由紫锥菊、黄芪等药味组成的复方制剂,具有提高机体免疫的功能,对病毒性感冒有很好的预防作用,菊苣酸是主要生理活性成分,故选用菊苣酸作为质量控制指标。菊苣酸的测定主要采用高效液相色谱法^[2~5]。本实验采用乙腈-0.1%磷酸溶液为流动相与 C₁₈ 反相柱,选择紫外检测器,准确、快速地定量分析了金屏风胶囊中菊苣酸,结果可靠。

1 仪器和试剂

Agilent 1100 型系列高效液相色谱仪,包括柱温箱、自动进样系统、紫外检测器,岛津 UV-2401PC 紫外可见分光光度计。乙腈为色谱纯,磷酸

为分析纯,水为重蒸馏水。菊苣酸对照品(自制,经浙江省药品检验所鉴定结构,质量分数≥96%),金屏风胶囊(本公司产品,规格为 0.5 g/粒)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:精密称取菊苣酸对照品,加适量 70%甲醇制成 20.8 μg/mL 的对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备:取金屏风胶囊的内容物 0.4 g,精密称定,置 50 mL 棕色量瓶,加适量 70%甲醇超声溶解,流水冷却至室温后,70%甲醇定容至刻度,摇匀,滤过,过 0.45 μm 滤膜,即得。

2.3 测定波长的确定:取菊苣酸对照品溶液(20.8 μg/mL),在 200~450 nm 波长扫描,结果在 330 nm 处有最大吸收,故选择 330 nm 作为菊苣酸的检测波长。

2.4 流动相的选择:比较了甲醇-水体系和乙腈-水

体系,结果甲醇-水体系基线波动大,检测峰响应值低(甲醇紫外末端吸收所致),故选用乙腈-水体系为流动相。进一步在流动相的水相中加入酸(磷酸)可以控制其 pH 值在 2 左右,抑制菊苣酸的解离,流动相选择为乙腈-0.1%磷酸(23 : 77)。

2.5 色谱条件:色谱柱采用 Agilent Zorbax Extend-C₁₈柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为

乙腈-0.1%磷酸(23 : 77),体积流量:1 mL/min,紫外检测波长 330 nm,柱温:35 °C,进样 10 μL。

2.6 专属性试验:按供试品溶液制备方法制备缺紫锥菊的阴性对照样品溶液,进样测定,结果在菊苣酸对照品保留时间处无吸收峰,说明缺紫锥菊样品阴性对照无干扰,专属性好。见图 1。

2.7 线性关系考察:取菊苣酸对照品溶液(20.8

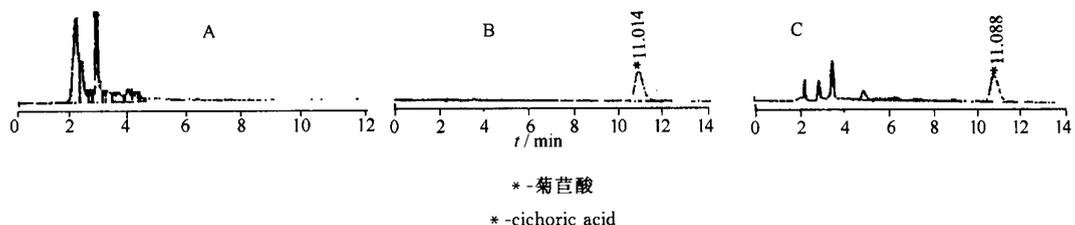


图 1 缺紫锥菊阴性对照(A)、菊苣酸对照品(B)和金屏风胶囊(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of negative sample without *E. purpurea* (A), cichoric acid reference substance (B), and Jinpingfeng Capsules (C)

μg/mL),精密吸取 1、4、8、10、15、20 μL 按上述色谱条件进样测定。以质量(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标,得方程:Y = 1 936.6 X - 0.511 3, r = 0.999 9。表明菊苣酸进样量在 0.020 8~0.416 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.8 精密度试验:取同一供试品溶液连续自动进样 5 次,每次进样 10 μL,测定菊苣酸峰面积,结果其 RSD 为 1.1%。

2.9 稳定性考察:取同一供试品溶液,分别在 0、2、4、8、12、24 h 进行测定,结果 RSD 为 1.2% (n=6)。表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.10 重现性试验:取同一批号样品 5 份,制备供试品溶液,分别进样测定,结果菊苣酸平均质量分数为 1.13 mg/粒,RSD 为 1.3%。

2.11 加样回收率试验:精密称取金屏风胶囊内容物适量(含菊苣酸 0.454 mg),精密加入 0.460 mg 菊苣酸对照品,制备供试品溶液,进样测定,计算回收率,结果平均回收率为 98.95%,RSD 为 1.60% (n=5)。

2.12 样品的测定:取金屏风胶囊样品 3 批,制备供试品溶液,分别测定菊苣酸的质量分数,结果见表 1。

3 结论

表 1 金屏风胶囊中菊苣酸的测定结果 (n=2)

Table 1 Determination of cichoric acid in Jinpingfeng Capsules (n=2)

批号	菊苣酸/(mg·粒 ⁻¹)
0406001	1.14
0406002	1.18
0406003	1.06

本研究建立了高效液相色谱法检测的定量分析方法,方法快速、简便、准确,可用于金屏风胶囊中菊苣酸的测定。

References:

- [1] Xiao P G. International popular immunomodulator—*Echinacea purpurea* and its preparations [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1996, 27 (1): 46-48.
- [2] Luo X B, Chen B, Zhu X L, et al. Determination of cichoric acid in *Echinacea purpurea* and its preparation by HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33 (10): 890-891.
- [3] Wang H, Liu W Z, Lu X L, et al. Determination of cichoric acid in *Echinacea purpurea* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2002, 27 (6): 418-420.
- [4] Yang Y F, Wang H, Lu X L, et al. Study on the quality standard of Songguoju Yanhou Tablets [J]. *Chin J Infor Tradit Chin Med* (中国中医药信息杂志), 2002, 9 (6): 30-32.
- [5] Wu Q L, Yuan Q P, Chen Y W. Study on the extraction and purification of cichoric acid from *Echinacea purpurea* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35 (9): 995-997.

第九届国际传统药理学大会将于 2006 年 8 月 22 日—26 日在中国南宁举行

联系地址:中国北京市海淀区马连洼北路 151 号,中国医学科学院药用植物研究所

第九届国际传统药理学大会组委会北京办公室

邮政编码:100094

电话:(010)62818235

传真:(010)62899714

电邮:nice@implad.ac.cn

网址:http://www.implad.ac.cn;

http://www.sctcm.com