

表 1 芎藭上清丸中绿原酸的测定结果 ($n=2$)Table 1 Chlorogenic acid in Xiongju
Shangqing Pill ($n=2$)

批号	绿原酸/($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	批号	绿原酸/($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
020364	0.89	020263	0.99
020365	0.92	020668	1.00
021272	0.96	020962	1.04
020567	0.95	010660	0.90
010961	1.08	020566	0.86

方式。分别精密称取 3 份,精密加入 50%乙醇 25 mL,提取时间分别为 40、60、80 min,结果表明,采取超声处理 60 min 的方法,样品中绿原酸的质量分数与 80 min 提取的相当。

3.1.2 柱分离考察:本品提取液(未经柱分离)直接进样,发现在 120 min 以上仍有杂质峰的出现,保留时间过长,故选用大孔树脂上柱处理。结果表明,采用大孔树脂上柱处理,既可除去样品中杂质,又可缩

短检测时间。实验中分别选择了不同体积分数的甲醇、同体积分数不同体积的甲醇试验,结果采用 20%甲醇 50 mL 洗脱,达到良好的分离效果。

3.2 本实验在供试品溶液制备上分别选用硅胶、氧化铝、聚酰胺、大孔吸附树脂进行杂质处理。结果采用大孔吸附树脂处理后的样品,杂质峰明显减少,缩短分析时间,故选用大孔吸附树脂进行杂质处理。

References:

- [1] Cui L H, Lin X. Determination of chlorogenic acid in Fufangdaqinye Mixture by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2001, 21 (5): 371-372.
- [2] Wang Y, Huang Y, Li C. Determination of chlorogenic acid in Jinqiantong Liquid by HPLC [J]. *Tianjin Pharm* (天津药学), 2002, 14 (2): 63-64.
- [3] Wen P, Zhang Q B, Zhang S J. The determination of the content of chlorogenic acid in bine of *Lonicera japonica* Thunb. by HPLC [J]. *Drug Standards China* (中国药品标准), 2002, 3 (4): 47-48.

RP-HPLC 法测定毛冬青滴丸中原儿茶醛

李苑新,袁旭江,朱盛山

(广东药学院中药开发研究所,广州 510240)

毛冬青为冬青属植物毛冬青 *Ilex pubescens* Hook. et Arn 的干燥根,具有活血通脉、消肿止痛、清热解毒、祛痰止咳的功效,广泛用于治疗冠心病、心绞痛、血栓闭塞性脉管炎或中心视网膜炎、喉头水肿、扁桃体炎、痢疾,外治烧、烫伤等^[1]。毛冬青主要含黄酮类成分、酚类成分、香豆素类、二萜类成分等^[2]。毛冬青滴丸是在《国家中成药标准汇编》[WS-11512(ZD-1512)-2002]毛冬青片的基础上研制而成。本实验采用高效液相色谱法测定毛冬青滴丸中原儿茶醛,为开发研究该剂型新药提供依据。

1 仪器与试药

Agilent 1100 高效液相色谱仪系列(美国); Sartorius BP211D 电子分析天平(德国);原儿茶醛对照品(批号 0810-20004),由中国药品生物制品检定所提供;甲醇为色谱纯,冰醋酸为分析纯,水为高纯水;毛冬青滴丸(本所研制)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:Eclipse XDB-C₈ 柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相:甲醇-1%冰乙酸水

溶液(3:22),体积流量:1.0 mL/min,检测波长:312 nm,柱温:30 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.2 供试品溶液的制备:取毛冬青滴丸 10 粒(约 0.35 g),精密称定,置 25 mL 量瓶中,加甲醇约 15 mL,超声 10 min 使溶解,放冷,加甲醇至刻度,摇匀。用 0.2 μm 微孔滤膜滤过,即得。

2.3 对照品溶液的制备:准确称取经干燥(105 $^{\circ}\text{C}$)至恒重的原儿茶醛对照品适量,加甲醇溶解,制成 11.7 $\mu\text{g/mL}$ 溶液,作为对照品溶液。

2.4 标准曲线的制备:在上述色谱条件下,用微量自动进样器分别吸取原儿茶醛对照品溶液 1、1.5、3、6、12 μL 依次进样,测定峰面积。以峰面积对进样量进行回归,得线性方程: $Y=41.596 X-0.815$, $r=0.9999$ 。结果原儿茶醛在 0.011 7~0.140 4 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验:取上述对照品溶液 5 μL ,连续进样 5 次,原儿茶醛保留时间平均值为 7.84 min, RSD 为 0.22%,原儿茶醛峰面积的 RSD 为 0.51%。

2.6 稳定性试验:取同一供试品溶液,于 0、2、4、8、

16、24 h 进样 10 μL 测定,原儿茶醛的保留时间平均值为 7.83 min,RSD 为 0.18%,原儿茶醛的峰面积 RSD 为 0.21%。

2.7 重现性试验:精密称取同一批号样品 5 份,制备供试品溶液,进样 10 μL 测定,原儿茶醛色谱峰保留时间和峰面积 RSD 分别为 0.23%、0.55%。

2.8 回收率试验:取同一批号毛冬青滴丸,碾碎,混匀,精密称取 5 份,每份 0.3 g,分别准确加入 11.7 $\mu\text{g/mL}$ 原儿茶醛对照品溶液各 3 mL,制备供试品溶液,分别进样 10 μL 测定,计算回收率,结果平均回收率为 98.54%,RSD 为 1.13%。

2.9 样品测定:分别精密吸取原儿茶醛对照品溶液和样品溶液各 10 μL ,注入色谱仪测定,按外标法计算毛冬青滴丸中原儿茶醛的质量分数。取 3 批样品进行测定,结果见表 1。对照品和供试品的 HPLC 图见图 1。

表 1 毛冬青滴丸中原儿茶醛的测定结果 ($n=3$)
Table 1 Determination of protocatechualdehyde in Maodongqing Dropping Pills ($n=3$)

批 号	原儿茶醛/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	RSD/%
20041001	93.0	0.95
20041002	98.2	0.83
20041003	95.1	1.05

3 讨论

本实验采用甲醇溶解毛冬青滴丸,滤过后直接进样测定,原儿茶醛色谱峰能得到较好的分离。测定

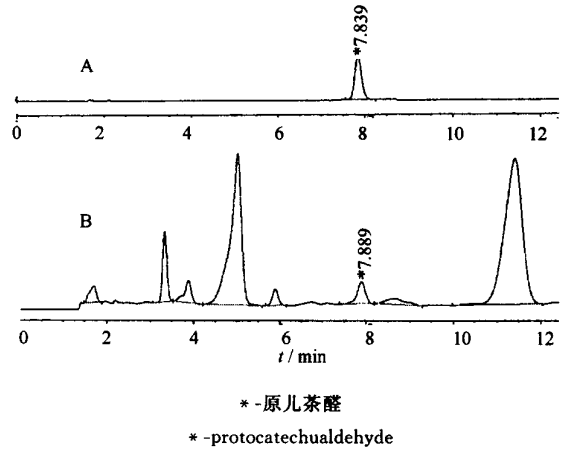


图 1 原儿茶醛对照品(A)和毛冬青滴丸(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of protocatechualdehyde reference substance (A) and Maodongqing Dropping Pills (B)

结果表明,每粒毛冬青滴丸约含原儿茶醛 3.4 μg ,约相当于毛冬青片的 1/3 量。本法简便、快速、重现性好,适用于毛冬青滴丸中原儿茶醛的定量测定。

References:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Vol I; Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1986.
- [2] Dong K S, Wang X Q, Dong Y F, et al. *Modern Clinical Chinese Traditional Medicine* (现代临床中医学) [M]. Beijing: China Press of Traditional Chinese Medicine, 1998.

清火片中大黄素和大黄酚的 HPLC 法测定

王云娇¹, 李武毅², 张永云¹

(1. 中国医学科学院药用植物研究所云南分所, 云南 景洪 666100; 2. 中山市恒生药业有限公司, 广东 中山 5284117)

清火片由大青叶、大黄、石膏、薄荷脑 4 味中药经提取制成,可清热泻火、通便,用于咽喉肿痛、牙痛、头目眩晕、口鼻生疮、风火目赤、大便不通,效果显著。本实验选用主药大黄中的大黄素、大黄酚作为控制指标,用 HPLC 法测定样品中大黄素和大黄酚。

1 仪器与试药

岛津公司色谱仪,LC—10ATvp 泵、二级管阵列检测器、2010 色谱工作站;甲醇(色谱纯),氯仿、高氯酸(AR);大黄素对照品(中国药品生物制品检定所,批号 0756-20023),大黄酚对照品(中国药品

生物制品检定所,批号 0796-21055);清火片(江西安远药业股份有限公司)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:日本岛津 C_{18} 键合硅胶柱 (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm);进样体积为 20 μL ;流动相:甲醇-0.1%高氯酸(75:25);检测波长:254 nm;体积流量:0.8 mL/min。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取大黄素对照品 5 mg、大黄酚对照品 5 mg,分别置于 50 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度。精密吸取大黄素溶液 1 mL,大