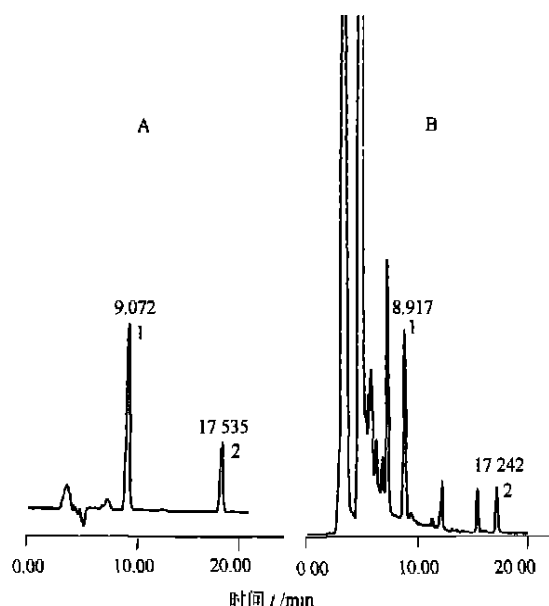




1-槲皮素 2-杜鹃素
1-quercetin 2-farrerol
图 1 混合对照品溶液(A)和消咳喘糖浆(B)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatograms of mixed reference substance (A) and Xiehechuan Syrup (B)

他成分很好的分离。在等度洗脱条件下,使用反相色谱柱时,槲皮素极性比杜鹃素大,因此保留相差很多,分析时间过长,不宜共同测定。采用梯度洗脱法,

能缩短杜鹃素的保留时间,且流动相比比例不变,基线平稳,不影响含量测定。

用二极管阵列检测器对槲皮素和杜鹃素进行 200~400 nm 波长扫描,槲皮素在 202~395 nm 有吸收,最大吸收波长为 370 nm;杜鹃素在 202~390 nm 有吸收,最大吸收波长为 297 nm。槲皮素含量比杜鹃素高,槲皮素在 297 nm 吸收值较低,所以选择 297 nm 检测波长,两种成分都有吸收,且能缩小峰高差异。

本实验方法简便、易行,定量结果准确,使在通常条件下采用不同流动相、不同检测波长、分别测定含量的两种成分能在同一台仪器上共同检测,缩短分析时间,节约试剂,提高工作效率,为消咳喘糖浆的质量控制提供了一种新的快速检测方法。

References

- [1] Pan X. Determination of farrerol, quercetin in *Rhododendron dauricum* by HPLC [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 2002, 37(1): 862-864.
- [2] Li H, Luo Z S, Niu F, et al. Determination of farrerol in leaves of *Rhododendron dauricum* and its preparation by RP-HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33(2): 128-129.
- [3] Yang Y J, Ren T C, Lei H M, et al. Determination of farrerol in Xiehechuan Capsule by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2003, 23(4): 340-341.

HPLC 法测定羚羊感冒胶囊中牛蒡苷的含量

朱山寅¹, 睢凤英^{2*}

(1. 嘉兴市药品检验所, 浙江 嘉兴 314001; 2. 嘉兴学院医学院, 浙江 嘉兴 314001)

羚羊感冒胶囊由羚羊角、牛蒡子、淡豆豉、金银花等 10 味中药组成, 收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 6 册。具有清热解表之功效, 用于流行性感冒、伤风咳嗽、头晕发热、咽喉肿痛。现标准中尚无含量测定项目。牛蒡苷是牛蒡子的活性成分, 是本方有效成分之一。为了有效地控制羚羊感冒胶囊的质量, 本实验采用 HPLC 法测定制剂中牛蒡苷的含量, 方法操作简便、重复性好、结果准确。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: Waters 510/484/745B 色谱

系统。牛蒡苷对照品(中国药品生物制品检定所, 供含量测定用, 批号 819-9801); 羚羊感冒胶囊由宁波立华制药有限公司生产, 批号: 000509、030103、030204, 制备阴性样品所用药材由浙江嘉信医药股份有限公司中药材分公司提供, 自制缺牛蒡子的阴性样品; 乙腈为色谱纯, 其余试剂均为分析纯, 水为重蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Kromasil C₁₈ 分析柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(30:70); 体积流量: 1.0 mL/min; 测定波长: 280 nm; 柱温: 室温。

* 收稿日期: 2004-01-08

作者简介: 朱山寅(1958—), 男, 浙江嘉兴市人, 副主任中药师, 主要从事中药的分析检验及药品质量控制的研究工作, 在专业杂志上发表科研论文 43 篇。其中多篇论文获奖。Tel: (0573) 2073235

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取经五氧化二磷干燥器中减压干燥至恒重的牛蒡苷对照品适量, 加甲醇制成 0.251 2 mg/mL 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 取装量项下的样品内容物 1 g, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇约 22 mL, 超声处理 30 min, 放至室温, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过。取续滤液用 0.45 μ m 微孔滤膜滤过, 即得。

2.4 阴性对照溶液的制备: 取缺牛蒡子阴性样品, 按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

2.5 干扰试验: 照上述色谱条件, 取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 20 μ L, 分别注入色谱仪。供试品色谱图中, 在与对照品色谱图相应的位置上, 有一相同的色谱峰, 而阴性对照溶液在此保留时间无干扰。见图 1。

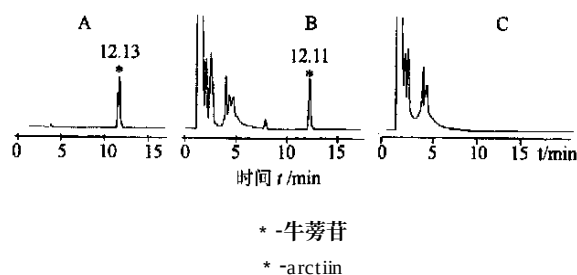


图 1 牛蒡苷(A)、羚羊感冒胶囊(B)和缺牛蒡子阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of arctiin (A), Lingyang Ganmao Capsule (B), and negative sample without Fructus Arctii (C)

2.6 线性关系考察: 分别精密吸取牛蒡苷对照品溶液 (0.251 2 mg/mL) 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL, 分别置 20 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 分别进样 20 μ L。以峰面积积分为纵坐标(Y), 牛蒡苷进样量为横坐标(X), 绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 345\,604X - 4\,157$, $r = 0.999\,4$ 。表明牛蒡苷在 0.251 2~2.512 μ g 与峰面积呈良好的线性关系。

2.7 精密度试验: 准确吸取牛蒡苷对照品溶液 20 μ L, 重复进样 5 次, 测定, 计算得牛蒡苷峰面积的 RSD 为 0.97%。

2.8 稳定性试验: 精密吸取新配制的同一供试品溶

液, 分别在 0、4、8、16、24 h 进样, 测定峰面积, 结果牛蒡苷峰面积 RSD = 1.14%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.9 重现性试验: 取同一批号样品 6 份, 制备供试品溶液, 进样, 测定, 计算牛蒡苷的含量, 结果牛蒡苷质量分数的 RSD = 1.34% ($n = 6$)。

2.10 加样回收率试验: 精密称取含牛蒡苷 9.383 mg/g 的羚羊感冒胶囊内容物约 0.5 g, 精密加入牛蒡苷对照品适量, 照 2.3 项下方法操作并按上述色谱条件进行测定, 计算, 结果牛蒡苷的平均回收率为 99.67%, RSD = 1.53% ($n = 6$)。

2.11 样品测定: 分别取不同批号的羚羊感冒胶囊约 1 g, 制备供试品溶液。分别精密吸取供试品溶液和牛蒡苷对照品溶液各 20 μ L, 按上述色谱条件测定, 3 批样品中牛蒡苷的含量测定结果见表 1。

表 1 羚羊感冒胶囊中牛蒡苷的含量 ($n = 5$)

Table 1 Arctiin in Lingyang Ganmao Capsule ($n = 5$)

批 次	牛蒡苷/(mg · g ⁻¹)	RSD/%
1	9.838	1.35
2	9.536	1.44
3	10.367	1.12

3 讨论

3.1 提取条件的选择: 根据牛蒡苷的性质, 考察了加热回流、超声提取等方法, 并对不同溶剂和提取时间进行了综合考察, 结果表明, 以甲醇超声处理 30 min 的提取方法为最佳。

3.2 测定波长的选择: 牛蒡苷对照品溶液与羚羊感冒胶囊的醇提液在 280 nm 波长处均有最大吸收, 故选择 280 nm 作为检测波长。

3.3 流动相的选择: 《中华人民共和国药典》2000 年版一部“牛蒡子”项下测定牛蒡子药材中牛蒡苷采用甲醇-水 (1:1.1) 为流动相, 但在本样品中的牛蒡苷的色谱峰与其他干扰组份色谱峰的分离效果不好。经摸索, 结果以乙腈-水 (30:70) 作为流动相, 牛蒡苷色谱峰能与其他组份的色谱峰很好地分离, 且峰形对称而尖锐。

欢迎订阅《中草药》杂志 2004 年增刊

为了加速中药现代化进程, 促进中药产业的技术创新, 我部编辑出版了以“新技术在中药现代化中的应用”为主要内容的增刊。该增刊共收载论文 120 篇, 总字数约 50 万字, 定价每本 60 元, 另加 5.00 元邮费。欢迎广大读者直接向《中草药》杂志编辑部订阅, 款到寄刊。

编辑部地址: 天津市南开区鞍山西道 308 号 邮编: 300193

电话: (022) 27474913 23006821 传真: (022) 23006821 E-mail: zcyzzbjb@tjpr.com