

高效液相色谱法测定老鹤草软膏中原儿茶酸

刁继红¹, 金英顺¹, 张善玉^{2*}

(1. 延边大学医院 药剂科, 吉林 延吉 133000; 2. 延边大学 长白山天然资源
与功能分子省部共建教育部重点实验室, 吉林 延吉 133000)

老鹤草软膏收载于《中国药典》2005 年版一部, 为老鹤草经加工制成的软膏剂, 具有除湿解毒、收敛生肌的功效, 用于湿毒蕴结所致的湿疹、痈、疔、疖和小面积水、火烫伤。老鹤草含有黄酮类化合物、有机酸类成分、挥发油等, 而原儿茶酸为老鹤草中主要的有机酸类成分^[1]。因此本实验建立了 HPLC 法测定老鹤草软膏中原儿茶酸的方法, 结果表明, 该方法简便、准确, 可用于该制剂中原儿茶酸的测定。

1 仪器与试剂

HP1100 高效液相色谱仪, HP1100 色谱工作站; 原儿茶酸对照品 (供定量测定用, 中国药品生物制品检定所提供, 批号 809-200102); 老鹤草软膏为延边大学医院药剂科自制; 乙腈为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 检测波长的确定: 取原儿茶酸对照品适量, 加甲醇制成 10 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液, 于紫外可见分光光度计在 200~500 nm 波长进行扫描, 结果在 260 nm 波长处有最大吸收, 故选定检测波长为 260 nm。

2.2 色谱条件: 色谱柱: Thermo 柱 (250 mm $\times$ 4.6

mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸水溶液 (3 : 97); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 260 nm。

2.3 对照品溶液的制备: 精密称取原儿茶酸对照品 2.2 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并加至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 供试品溶液的制备: 精密称取老鹤草软膏 2 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 0.1 mol/L 盐酸溶液 50 mL, 称定质量, 回流提取 40 min, 冷却, 称定质量, 加 0.1 mol/L 盐酸溶液补足减失的质量, 滤过, 取续滤液 25 mL 置分液漏斗中用乙醚萃取 4 次, 每次 20 mL, 合并乙醚萃取液蒸干, 残渣置 10 mL 量瓶中, 以甲醇溶解并加至刻度, 摇匀, 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.5 阴性溶液的制备: 按处方量取羊毛脂、凡士林等敷料, 按制备工艺制成老鹤草软膏, 按供试品溶液的制备方法制成阴性溶液。

2.6 空白试验: 取原儿茶酸对照品溶液、供试品溶液和阴性溶液分别进样, 结果对照品溶液中相应峰在供试品溶液中出现, 而阴性溶液在原儿茶酸出峰处不干扰, 见图 1。

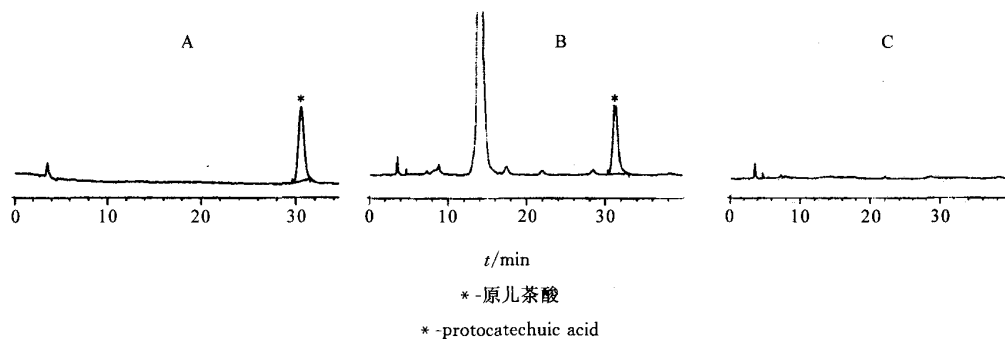


图 1 原儿茶酸对照品(A)、老鹤草软膏(B)和阴性溶液(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of protocatechuic acid reference substance (A), Laoguancao Ointment (B), and negative sample (C)

2.7 标准曲线的制备: 精密吸取 44 $\mu\text{g/mL}$ 原儿茶酸对照品溶液适量, 加甲醇准确配成 2.75、5.5、

11.0、22.0、44.0 $\mu\text{g/mL}$, 分别进样 10 μL , 测定峰面积。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 制备标准

曲线,得回归方程 $Y=8\,264.1\,X-31.16$, $r=0.999$ 。结果表明原儿茶酸在 $2.75\sim 44.0\,\mu\text{g/mL}$ 与峰面积呈较好的线性关系。

2.8 稳定性试验:精密吸取供试品溶液,分别于 0、1、3、5、12 h 测定原儿茶酸峰面积,结果其 RSD 为 2.07%,表明供试品溶液中原儿茶酸在 12 h 内稳定性良好。

2.9 精密性试验:取同一供试品溶液,重复进样 5 次,测定原儿茶酸峰面积,计算得其 RSD 为 2.42%。

2.10 重现性试验:取批号 050310 的样品,制成 5 份供试品溶液,进样测定,计算原儿茶酸的质量分数,结果原儿茶酸的平均质量分数为 $0.110\,\text{mg/g}$, RSD 为 2.96%。

2.11 回收率试验:精密称取含原儿茶酸 $0.125\,\text{mg/g}$ 的样品约 $1.0\,\text{g}$,共 5 份,分别精密加入原儿茶酸对照品 $0.120\,\text{mg}$,制备供试品溶液,依法测定,每份测定 2 次,计算得平均回收率为 98.62%,RSD 为 2.23%。

2.12 样品测定:取 5 批样品,制备供试品溶液,每批 2 份,精密吸取供试品溶液 $10\,\mu\text{L}$,注入液相色谱仪,测定峰面积,代入回归方程计算 5 批样品中原儿茶酸的质量分数,结果见表 1。

表 1 老鹳草软膏中原儿茶酸的测定结果

Table 1 Determination of protocatechuic acid in Laoguancao Ointment

批 号	原儿茶酸/($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)
050310	0.110
050311	0.104
050312	0.125
050313	0.134
050314	0.105

3 讨论

分别选择乙腈-0.1%磷酸水溶液(3:97)^[2]和乙腈-5mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸(6:94:1)^[3]为流动相进行试验,结果乙腈-0.1%磷酸水溶液(3:97)的分离效果较好。

选用甲醇、0.1 mol/L 盐酸溶液回流提取的方法处理供试品,结果 0.1 mol/L 盐酸溶液处理所得原儿茶酸的提取效果更充分。

References:

- [1] Lei Z Y, Liu D L, Hu Y Q. A survey of chemical and pharmacological studies on *Geranium wilfordii* [J]. *J Chin Med Mater* (中草药), 2002, 25(10): 759.
- [2] Su Y, Bi Y G. HPLC Determination of protocatechuic acid in Yanlixiao Capsule [J]. *Ginseng Res* (人参研究), 2005(1): 30-32.
- [3] Xu Y H, Chao L B. Determination of protocatechuic acid in *Schisandra chinensis* by RP-HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35(7): 817-819.

WLD 型大孔吸附树脂富集纯化大黄总蒽醌的工艺研究

李棣华,刘俊红,伍孝先,魏峻峰

(天津市中西医结合急腹症研究所,天津 300100)

大黄为蓼科植物掌叶大黄 *Rheum palmatum* L.、唐古特大黄 *R. tanguticum* Maxim. ex Balf. 或药用大黄 *R. officinale* Baill. 的干燥根及根茎,具有通里攻下、清热解毒、活血通瘀等功能。主要产地是甘肃、青海。大黄中化学成分复杂,有蒽苷、萜苷、鞣苷等,其中蒽苷为最主要成分^[1]。本实验以蒽醌类成分为指标对大黄进行了 WLD 型大孔吸附树脂富集的参数进行了研究。

1 仪器和材料

Shimadzu LC-10Atpv 高效液相色谱仪,Shimadzu Libror AEG-120 万分之一分析天平。WLD 型大孔吸附树脂由四川省中药研究所提供,甲酚色

谱纯,其余试剂均为分析纯,大黄素、大黄酚、大黄素甲醚、芦荟大黄素、大黄酸对照品均购自中国药品生物制品检定所。

2 方法与结果

2.1 HPLC 法测定总蒽醌

2.1.1 色谱条件^[2]:色谱柱: C_{18} ODS($150\,\text{mm}\times 4.6\,\text{mm}$, $5\,\mu\text{m}$);流动相: 甲醇-1%高氯酸水溶液(85:15);检测波长: 254 nm;体积流量: $1.0\,\text{mL/min}$;灵敏度: 0.01 AUFS。

2.1.2 供试品溶液的制备^[3,4]:精密吸取相当于大黄药材 $0.1\,\text{g}$ 的提取液于 $100\,\text{mL}$ 圆底烧瓶中,烘干,加 20%硫酸 $2.5\,\text{mL}$,室温振摇 5 min,加氯仿 30

高效液相色谱法测定老鹳草软膏中原儿茶酸

作者：[刁继红](#)，[金英顺](#)，[张善玉](#)
作者单位：[刁继红, 金英顺\(延边大学医院, 药剂科, 吉林, 延吉, 133000\)](#)，[张善玉\(延边大学, 长白山天然资源与功能分子省部共建教育部重点实验室, 吉林, 延吉, 133000\)](#)
刊名：[中草药](#)[ISTIC](#)[PKU](#)
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2007, 38(6)
被引用次数：3次

参考文献(3条)

1. [Lei Z Y;Liu D L;Hu Y Q](#) A survey of chemical and pharmacological studies on *Geranium wilfordii* 2002(10)
2. [Su Y;Bi Y G](#) HPLC Determination of protocatechuic acid in Yanlixiao Capsule[期刊论文]-[人参研究](#) 2005(01)
3. [Xu Y H;Chao L B](#) Determination of protocatechuic acid in *Schisandra chinensis* by RP-HPLC[期刊论文]-[中草药](#) 2004(07)

本文读者也读过(10条)

1. [杨菲](#). [刘翠格](#). [魏永巨](#) 原儿茶酸与铝离子的荧光反应及其在中药分析中的应用[会议论文]-2008
2. [刘继红](#) 河南省几种天然动物药材中氨基酸分布及常见动植物蛋白比较研究[学位论文]2004
3. [覃仁安](#). [陈敏](#). [师晶丽](#). [尹航](#). [沈映君](#) 鹅不食草挥发油抗炎作用的初步实验报告[期刊论文]-[贵州医药](#)2001, 25(10)
4. [于思源](#). [Yu Siyuan](#) 中药软膏剂现存问题及解决方案的研究[期刊论文]-[环球中医药](#)2008, 1(5)
5. [黄仲](#). [杨光艳](#). [周飞红](#) 鹅不食草致急性接触性皮炎1例[期刊论文]-[中国皮肤性病学杂志](#)2008, 22(7)
6. [林远灿](#). [高明](#) 鹅不食草的化学成分及药理研究进展[期刊论文]-[浙江中医药大学学报](#)2011, 35(2)
7. [唐慧慧](#). [谢学渊](#). [TANG Hui-hui](#). [XIE Xue-yuan](#) 21种动物药饮片中总氨基酸的甲醛法测定[期刊论文]-[海军总医院学报](#)2007, 20(1)
8. [董生健](#) 野生羌活驯化栽培技术[期刊论文]-[农业科技与信息](#)2010(1)
9. [宋琼](#) 鹅不食草、苍耳子局部应用治疗过敏性鼻炎[期刊论文]-[锦州医学院学报](#)2001, 22(3)
10. [崔云山](#). [张善玉](#). [朴惠顺](#). [申英爱](#). [CUI Yun-shan](#). [ZHANG Shan-yu](#). [PIAO Hui-shun](#). [SHEN Ying-ai](#) 芝麻素散剂对乙醇引起小鼠急性肝损伤的影响[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2005, 16(6)

引证文献(3条)

1. [张玉玺](#). [姚晓颖](#). [徐莲琴](#). [李士峰](#). [王丽红](#). [崔玉红](#). [杨娇](#) 反相高效液相色谱法同时测定樟脑软膏中樟脑和氯霉素的含量[期刊论文]-[中国药业](#) 2009(21)
2. [李磊](#). [杨青](#). [朱波](#). [马杜鹃](#). [赵杰](#) 烧烫伤中药外用制剂的研究[期刊论文]-[河南中医](#) 2012(4)
3. [华玉铃](#). [贺祝英](#). [张建玲](#). [张永萍](#) 中药软膏剂制备方法的研究进展[期刊论文]-[贵阳中医学院学报](#) 2008(2)

本文链接：http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200706031.aspx