

表 4 不同溶液中连翘酯苷 A 稳定性考察结果

Table 4 Stability of forsythoside A in different solutions

样品名称	溶液	连翘酯苷 A 损失率 / %	
		5 d	10 d
连翘提取物	H ₂ O	56.0	68.3
	0.1% H ₃ PO ₄	0.0	2.7
	0.2% H ₃ PO ₄	0.0	1.0
	0.5% NaHSO ₃	14.9	22.0
	羟丙基-β-环糊精	55.9	68.2
	0.2% Vc	0.0	1.5
连翘酯苷 A	H ₂ O	68.4	74.8
	0.1% H ₃ PO ₄	0.0	1.3
	0.2% H ₃ PO ₄	0.0	6.6
	0.5% NaHSO ₃	7.2	17.2
	羟丙基-β-环糊精	60.6	80.7
	0.2% Vc	0.0	2.3

表 5 半年后不同溶液中连翘酯苷 A 稳定性考察结果

Table 5 Stability of forsythoside A in different solutions after half year

溶 液	连翘酯苷 A 损失率 / %
0.2% H ₃ PO ₄	100.0
0.5% NaHSO ₃	100.0
0.2% Vc	22.3

3 讨论

对连翘提取物及连翘酯苷 A 的稳定性进行的考察结果表明连翘酯苷 A 对湿度比较敏感,高湿条件下尤其不稳定;对光照亦比较敏感,在固态条件下,温度对其稳定性影响并不是很明显。同时,对连翘酯苷 A 在水溶液中的稳定性进行了研究,结果表

明,酸性条件及抗氧化剂的加入均有利于连翘酯苷 A 的稳定。

6 个月加速稳定性试验初步显示,即使在酸性条件下保存,水溶液中连翘酯苷 A 依然极不稳定,在 0.2% Vc 溶液中较其它溶液体系稍显稳定,可能与 Vc 较强的抗氧化能力有关,因此,生产中连翘提取物及连翘酯苷 A 要制备成液体制剂,如何确保其在水溶液中的稳定性成为重点考虑解决的问题。

由于连翘酯苷 A 不稳定,在连翘药材及其制剂加工制备过程中,要根据处方药液性质,对药液酸碱度及提取浓缩温度进行控制;含连翘提取物及连翘酯苷 A 的固体制剂须对湿度或含水量加以控制,液体制剂须对体系 pH 值及抗氧化剂等进行全面筛选。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005
- [2] 李 倩,冯卫生. 连翘的化学成分研究进展[J]. 河南中医学院学报. 2005, 20(117): 78
- [3] 冯淑怡,李先荣,孙建宁. 连翘酯苷抗感染、解热作用研究[J]. 现代生物医学进展. 2006, 6(10): 73
- [4] 张立伟,赵春贵,杨 频. 连翘酯苷抗氧化活性及构效关系研究[J]. 中国药学杂志. 2003, 38(5): 334~ 336
- [5] 胡克杰,徐凯建,王跃红,等. 连翘酯苷体外抗病毒作用的实验研究[J]. 中国中医药科技, 2001, 8(2): 89
- [6] 张 炜,张汉明,郭美丽,等. HPLC 法测定感冒退热颗粒(冲剂)中连翘酯苷 A 的含量. [J]. 中草药. 1999, 30(2): 268-270
- [7] 张立伟,杨 频. 连翘酯苷稳定性研究. [J]. 中成药. 2003, 25(5): 353-356

HPLC 法测定紫英抗炎合剂中咖啡酸

顾琳娜,陈 敏,朱佳茜

(浙江省湖州市食品药品检验所,浙江 湖州 313000)

摘要:目的 采用高效液相色谱法,研究并建立测定紫英抗炎合剂中咖啡酸的方法。方法 高效液相色谱法。Agilent Zorbax SB C₁₈ 色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-磷酸盐缓冲液(15: 85); 检测波长 323 nm; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 40 ℃; 进样量 10 μL。结果 咖啡酸在 6.40~ 64.04 μg 具有良好的线性关系,平均回收率为 99.85%。结论 本法准确、快速、简便、可行、重现性好、专一性强,可用于紫英抗炎合剂中咖啡酸的测定。

关键词: 紫英抗炎合剂; 咖啡酸; 高效液相色谱

中图分类号: R284.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2010)06-0911-02

紫英抗炎合剂原名妇科抗炎 1 号浓煎剂,来源于湖州市中医院名老中医经验方,由败酱草、蒲公英、大血藤、紫花地丁、乳香(制)、延胡索(醋制)等组

成,具有清热解毒作用,用于女性生殖器急性、亚急性炎症等有很好的疗效^[1]。方中主药之一蒲公英具有清热解毒、消肿散结、利尿通淋的作用,咖啡酸为

①收稿日期: 2009-10-26

作者简介: 顾琳娜(1955-),女,浙江省湖州市人,副主任中药师,研究方向为中药鉴定、中药检验。

Tel: (0572) 2750808 E-mail: gln8168@sina.com

蒲公英的主要有效成分。咖啡酸在一些制剂中的相关 HPLC 法测定的报道较多^[2,3]。因此本实验采用 HPLC 法对咖啡酸进行测定,以提高紫英抗炎合剂的质量标准,保证疗效。

1 实验材料

Agilent 1200 高效液相色谱仪(美国安捷伦公司);BS224S 型电子分析天平;0.45 μm 微孔滤膜。

咖啡酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110885-200102);紫英抗炎合剂(浙江湖州中医院提供,批号 20091109、20091005、20090219);甲醇(色谱纯,美国 Fisher 公司);纯化水(自制)。

2 方法与结果

2.1 色谱分析条件: Agilent Zorbax SB-C₁₈ 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相为甲醇-磷酸盐缓冲液(磷酸二氢钠 1.56 g,加水使溶解成 1 000 mL,再加 1% 磷酸溶液调节 pH 至 3.8~4.0)(15:85);检测波长 323 nm;体积流量 1.0 mL/min;柱温 40 °C;进样量 10 μL。色谱图见图 1。

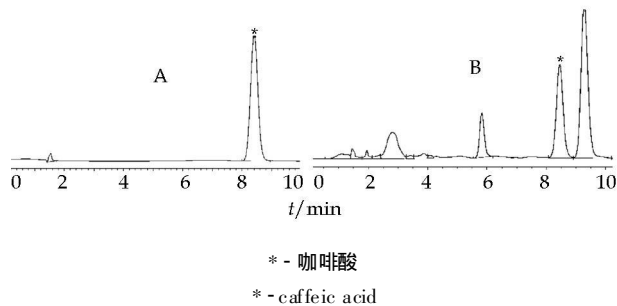


图 1 对照品(A)和紫英抗炎合剂(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of reference substance (A) and Ziying Kangyan Mixture (B)

2.2 对照品溶液的制备:精密称取咖啡酸对照品 16.01 mg,置于 50 mL 量瓶中,加甲醇使溶解,稀释至刻度,摇匀。精密量取上述溶液 5 mL,置 50 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,即得质量浓度为 32.02 μg/mL 的咖啡酸对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备:精密量取本品 10 mL 置分液漏斗中,加入醋酸乙酯振摇提取 2 次,每次 15 mL,合并提醋酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇适量使溶解,转移至 10 mL 量瓶内,加甲醇稀释至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,作为供试品溶液。

2.4 方法学考察

2.4.1 标准曲线的绘制:分别精密吸取 320.2 μg/mL 咖啡酸对照品溶液 1、2.5、5、7.5、10 mL 置于 50 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,分别注入液相色谱

仪,按上述色谱条件测定峰面积。以咖啡酸峰面积积分值为纵坐标,质量浓度为横坐标绘制标准曲线,结果回归方程为 $A = 30\,886 X + 2\,036.6$, $r = 0.9999$ 。结果表明咖啡酸在 6.40~64.04 μg 具有良好的线性关系。

2.4.2 精密度试验:精密吸取 35.76 mg/mL 咖啡酸对照品溶液 10 μL,重复进样 6 次,记录峰面积,结果咖啡酸峰面积积分值的 RSD 为 0.10%。

2.4.3 重现性试验:取批号 20091109 紫英抗炎合剂样品 6 份,制备供试品溶液,进样,测定咖啡酸的质量浓度,结果紫英抗炎合剂中咖啡酸的平均质量浓度为 30.8 μg/mL, RSD 为 0.29%。

2.4.4 稳定性试验:取同一供试品溶液(批号 20091109),分别在 0、2、4、8、12、24 h 测定咖啡酸的峰面积积分值,结果 RSD 为 0.94%,表明紫英抗炎合剂样品在 24 h 内稳定。

2.4.5 加样回收试验:精密吸取批号 20091109 样品(含咖啡酸 30.8 μg/mL) 10 mL,共 6 份,置分液漏斗中,分别精密加入咖啡酸对照品 16.01、32.02、48.03 μg 各 2 份,制备供试品溶液并测定,计算得平均回收率为 99.85%, RSD 为 0.22%。

2.5 样品测定:取 3 批样品,制备供试品溶液,按上述色谱条件进行测定,结果见表 1。

表 1 紫英抗炎合剂中咖啡酸的测定结果(n=3)

Table 1 Determination of caffeic acid in Ziying Kangyan Mixture (n=3)

批号	咖啡酸/(mg·mL ⁻¹)
20091109	0.0308
20091005	0.0313
20090219	0.0311

3 讨论

3.1 测定波长的选择:取咖啡酸对照品适量,加甲醇制成 32 μg/mL 的溶液,在 200~400 nm 波长处进行扫描,结果在 323 nm 波长处具有最大吸收,故选定 323 nm 为检测波长。

3.2 提取溶剂的选择:根据咖啡酸的性质,在制备供试品溶液的过程中,比较了采用乙醚、石油醚、氯仿等有机溶剂进行萃取,结果表明以乙醚作为提取溶剂提取效果好。

参考文献:

[1] 浙江省卫生厅. 浙江省医院制剂规范(2005年版)[M]. 杭州:浙江科学技术出版社,2005.
 [2] 徐平声,戴智勇,谭桂山. HPLC 法测定药用甘薯西蒙 I 号中咖啡酸的含量[J]. 中草药,2003,34(1):33-35.
 [3] 阎 姝,田书霞,徐茂玲,等. HPLC 法测定注射用双黄连中黄芩苷、野黄芩苷、黄芩素、咖啡酸和绿原酸[J]. 中草药,2009,40(6):907-909