

## 急支糖浆 HPLC 特征指纹图谱研究及多成分定量测定

王春雷, 姜建伟, 侯桂兰\*

浙江省肿瘤医院, 浙江 杭州 310022

**摘要:** 目的 建立急支糖浆的 HPLC 指纹图谱, 并测定其主要成分的量, 为急支糖浆的质量控制提供可靠方法。方法 采用 Waters XTerra RP<sub>18</sub> 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 以 0.8% 冰醋酸水溶液 (含有 0.2% 三乙胺) -乙腈为流动相进行梯度洗脱, 体积流量 1.0 mL/min, 柱温 35 ℃, 检测波长为 280 nm。采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012 年版) 建立急支糖浆 HPLC 指纹图谱并进行相似度分析; 通过与阴性对照及混合对照品色谱峰进行比对, 确定共有峰归属及成分指认; 并对指认出的成分进行定量分析。结果 在特征图谱研究中, 共确定 17 个共有峰, 图谱中 2、8 号峰来源于鱼腥草, 4、10 号峰来源于金荞麦, 7、12、15 号峰来源于四季青, 1、13 号峰来源于麻黄, 16、17 号峰来源于枳壳, 而 3、6 号峰为鱼腥草、金荞麦和四季青共有峰。同时利用相似度软件对 10 批急支糖浆指纹图谱进行分析, 各批次样品相似度在 0.98 以上; 通过比对特征峰保留时间, 指认出 6 种主要成分, 分别为原儿茶酸 (3 号峰)、原儿茶醛 (6 号峰)、阿魏酸 (7 号峰)、绿原酸 (10 号峰)、盐酸麻黄碱 (13 号峰) 和柚皮苷 (16 号峰); 10 批样品中原儿茶酸量在 3.122 1~3.270 0 mg/mL, 原儿茶醛量在 5.108 6~5.224 9 mg/mL, 阿魏酸量在 8.893 2~9.120 8 mg/mL, 绿原酸量在 6.792 1~6.931 0 mg/mL, 盐酸麻黄碱量在 2.154 4~2.236 2 mg/mL, 柚皮苷量在 4.125 8~4.183 3 mg/mL。结论 所建立的急支糖浆 HPLC 指纹图谱和定量测定分析方法快速、准确、灵敏度高、专属性强, 可以有效地评价该制剂的质量。

**关键词:** 急支糖浆; HPLC; 指纹图谱; 质量控制; 原儿茶酸; 原儿茶醛; 阿魏酸; 绿原酸; 盐酸麻黄碱; 柚皮苷; 鱼腥草; 金荞麦; 麻黄; 四季青; 前胡; 紫菀; 枳壳; 甘草

**中图分类号:** R286.02      **文献标志码:** A      **文章编号:** 0253-2670(2016)23-4192-06

**DOI:** 10.7501/j.issn.0253-2670.2016.23.013

## Fingerprint and multi-components quantitative determination for Jizhi Syrup by HPLC

WANG Chun-lei, JIANG Jian-wei, HOU Gui-lan

Zhejiang Province Tumor Hospital, Hangzhou 310022, China

**Abstract: Objective** To establish an HPLC fingerprint method of Jizhi Syrup and determine the contents of its main components. **Methods** The Waters XTerra RP-18 (250 mm×4.6 mm, 5 μm) column was used with a mobile phase of 0.8% acetic acid (containing 0.2% triethylamine) and acetonitrile gradient elution, the flow rate was 1.0 mL/min, the column temperature was 35 ℃, and the detection wavelength was 280 nm. *The Similarity Evaluation System for Chromatographic Fingerprint of TCM* (2012 edition) was used to establish the fingerprint spectra and analyze the similarity degree. The common peaks were identified by reference compounds and negative controls, and the content was detected. **Results** The fingerprint chromatography included 17 mutual peaks. Peak 2 and peak 8 were from *Houttuyniae Herba*, peak 4 and peak 10 were from *Fagopyri Dibotrys Rhizoma*, peaks 7, 12, and 15 were from *Ilicis Chinensis Folium*, peaks 1 and 13 were from *Ephedrae Herba*, peaks 16 and 17 were from *Aurantii Fructus*, and peaks 3 and 6 were from *Houttuyniae Herba*, *Fagopyri Dibotrys Rhizoma*, and *Ilicis Chinensis Folium*. The similarity among the batches was more than 0.98. Based on the retention time of master compounds, six components [protocatechuic acid (peak 3), protocatechualdehyde (peak 6), ferulic acid (peak 7), chlorogenic acid (peak 10), ephedrine hydrochloride (peak 13), and naringin (peak 16)] were identified and quantified. The contents of protocatechuic acid, protocatechualdehyde, ferulic acid, chlorogenic acid, ephedrine hydrochloride, and naringin in 10 batches of Jizhi Syrup were 3.122 1—3.270 0, 5.108 6—5.224 9, 8.893 2—9.120 8, 6.792 1—6.931 0, 2.154 4—2.236 2, and 4.125 8—4.183 3 mg/mL, respectively. **Conclusion** The established method has high

收稿日期: 2016-07-03

作者简介: 王春雷, 男, 硕士, 副主任中药师, 研究方向为中医学。Tel: 13858020113 E-mail: 3485176941@qq.com

\*通信作者 侯桂兰, 女, 主任中药师, 研究方向为医院中医学。Tel: (0571)88122425 E-mail: hgl51@sina.com

sensitivity, fast, precise and specificity, and can be used for the quality control of Jizhi Syrup.

**Key words:** Jizhi Syrup; HPLC; fingerprint; quality control; protocatechuic acid; protocatechualdehyde; ferulic acid; chlorogenic acid; ephedrine hydrochloride; naringin; *Houttuyniae Herba*; *Fagopyri Dibotrys Rhizoma*; *Ephedrae Herba*; *Ilicis Chinensis Folium*; *Peucedani Radix*; *Asteris Radix et Rhizoma*; *Aurantii Fructus*; *Glycyrrhizae Radix et Rhizoma*

急支糖浆由鱼腥草 *Houttuyniae Herba*、金荞麦 *Fagopyri Dibotrys Rhizoma*、麻黄 *Ephedrae Herba*、四季青 *Ilicis Chinensis Folium*、前胡 *Peucedani Radix*、紫菀 *Asteris Radix et Rhizoma*、枳壳 *Aurantii Fructus*、甘草 *Glycyrrhizae Radix et Rhizoma* 8味药材水提取液制得；具有清热化痰、宣肺止咳之功效；临床常用于治疗发热、恶寒、胸膈满闷、咳嗽咽痛，急性支气管炎、慢性支气管炎急性发作等疾病<sup>[1-2]</sup>。目前有关急支糖浆的研究较多<sup>[3]</sup>，余佳文等<sup>[4]</sup>采用HPLC法测定急支糖浆中盐酸麻黄碱、原儿茶酸和柚皮苷；杨水新等<sup>[5]</sup>利用HPLC法测定了急支糖浆中阿魏酸；李利军等<sup>[6]</sup>利用在线扫集-胶束毛细管电动色谱法分离测定急支糖浆中阿魏酸、原儿茶醛和原儿茶酸；杨滨等<sup>[7]</sup>同时测定急支糖浆中原儿茶酸、绿原酸、柚皮苷和新橙皮苷；邓开英等<sup>[8]</sup>利用HPLC法对急支糖浆中盐酸麻黄碱进行了分析。与化学类药品相比，中药往往是多种成分联合起作用，在不同靶向部位发挥疗效，1种或2种成分研究无法全面评价和控制药品质量<sup>[9-11]</sup>。中药指纹图谱质量控制方法能系统、全面、直观地反映出药品内在活性成分，在中药领域广泛得以应用<sup>[9-15]</sup>。

本研究采用HPLC法对急支糖浆进行指纹图谱研究，从17个共有峰中鉴别指认出6个成分，并对供试品中这6个成分进行定量分析，该方法可以对急支糖浆质量进行全面、系统地考察，可作为其质控方法加以运用。

## 1 仪器和材料

Waters 2695-2489型高效液相色谱仪，美国沃特世公司；AS60/220.X2型电子天平，波兰Radwag公司；5810R台式高速大容量离心机，艾本德中国有限公司；赛多利斯Arium® Pro超纯水系统，德国赛多利斯集团；X-tra 300型超声波清洗器，德国Elma公司，功率600 W。

急支糖浆10批，太极集团重庆涪陵制药厂有限公司生产，批号分别为15040368(S1)、15070542(S2)、15090660(S3)、15100817(S4)、15100837(S5)、15100839(S6)、15100924(S7)、15101018(S8)、15010091(S9)、15010174(S10)。

对照品原儿茶酸(批号110809-201205)，质量

分数以99.9%计，置P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>减压干燥器中干燥12 h以上使用）、阿魏酸（批号110773-201313，质量分数以99.6%计）、原儿茶醛（批号110810-201608，质量分数以99.3%计）、绿原酸（批号110753-201415，质量分数以96.2%计）、柚皮苷（批号110722-201312，质量分数以94.7%计）、盐酸麻黄碱（批号171241-201508，质量分数以99.8%计）均购自中国食品药品检定研究院；乙腈为色谱纯，美国默克公司；水为超纯水，其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱为Waters XTerra RP<sub>18</sub>柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)；流动相为0.8%冰醋酸水溶液(含有0.2%三乙胺)-乙腈，梯度洗脱：0~10 min, 3%~10%乙腈；10~30 min, 10%乙腈；30~50 min, 10%~20%乙腈；50~70 min, 20%~30%乙腈；检测波长为280 nm；体积流量为1.0 mL/min；进样量10 μL；柱温35 °C。

### 2.2 溶液的制备

**2.2.1 混合对照品溶液的制备** 分别精密称取对照品原儿茶酸18.21 mg、原儿茶醛19.78 mg、阿魏酸25.32 mg、绿原酸16.38 mg、盐酸麻黄碱15.08 mg、柚皮苷20.22 mg，置同一50 mL量瓶中，加0.8%冰醋酸水溶液-乙腈(20:80)20 mL，超声溶解20 min，再加0.8%冰醋酸水溶液-乙腈(20:80)稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5 mL置100 mL量瓶中，加0.8%冰醋酸水溶液-乙腈(20:80)稀释至刻度，即得原儿茶酸、原儿茶醛、阿魏酸、绿原酸、盐酸麻黄碱、柚皮苷质量浓度分别为18.21、19.78、25.32、16.38、15.08、20.22 μg/mL的混合对照品溶液，0.22 μm微孔滤膜滤过，备用。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 取急支糖浆样品，混匀，精密量取5 mL，置100 mL量瓶中，加0.8%冰醋酸水溶液-乙腈(20:80)稀释至刻度，充分摇匀，离心(转速4 000 r/min)10 min，取上清液，用0.22 μm微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液。

**2.2.3 阴性对照溶液的制备** 按照急支糖浆处方比例，分别制备缺鱼腥草、缺金荞麦、缺四季青、缺麻黄和缺枳壳药材的阴性对照溶液，按“2.2.2”项

方法制备, 摆匀, 用  $0.22 \mu\text{m}$  微孔滤膜滤过, 取续滤液作为阴性对照溶液。

### 2.3 指纹图谱研究

**2.3.1 指纹图谱的建立及相似度评价** 取急支糖浆 10 批 (S1~S10), 按照“2.2.2”项下方法制备, 依“2.1”项下色谱条件进行分析, 将测得的色谱图导入药典委员会推荐的相似度评价软件——《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012 年版), 设置 S5 为参考图谱, 时间窗宽度设为 0.5 min, 根据匹配结果确定 17 个共有峰, 并生成对照指纹图谱(平均值法, R), 计算出各批次样品的指纹图谱相似度均大于 0.98。指纹图谱(S1~S10)和对照品指纹图谱见图 1。

在供试品已被定性各色谱峰中, 以 3 号峰峰面积适中, 分离度及对称性均良好, 故确定其为参照峰(S)。相对峰面积和相似度结果见表 1 和 2。

**2.3.2 精密度试验** 取同一批供试品(批号 15040368), 按“2.2.2”项下方法制备, 连续进样 6 针, 记录色谱图, 计算各主要色谱峰相对峰面积 RSD 在  $0.5\% \sim 1.3\%$ , 相对保留时间的 RSD 值在  $0.2\% \sim 0.6\%$ , 表明仪器精密度良好。

**2.3.3 稳定性试验** 取同一批(批号 15040368)供试品, 按“2.2.2”项下方法制备, 分别于 0、3、6、

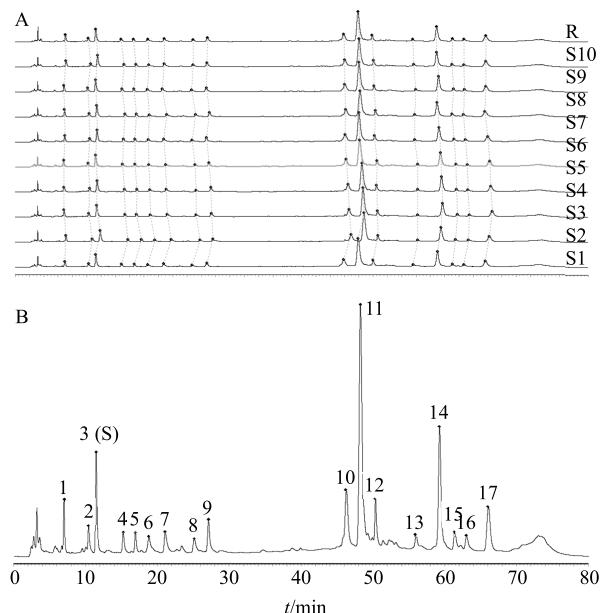


图 1 10 批急支糖浆 HPLC 指纹图谱(A)和对照指纹图谱(B)

Fig. 1 Fingerprint of 10 batches of Jizhi Syrup (A) and reference fingerprint (B)

表 1 10 批样品(S1~S10)共有峰相对峰面积

Table 1 Relative peak areas of 17 common chromatographic peaks of 10 samples (S1—S10)

峰号	相对峰面积									
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10
1	0.391	0.383	0.395	0.360	0.400	0.396	0.390	0.406	0.389	0.393
2	0.227	0.227	0.227	0.228	0.227	0.213	0.225	0.231	0.245	0.221
3 (S)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
4	0.229	0.209	0.214	0.215	0.225	0.215	0.218	0.226	0.211	0.227
5	0.205	0.191	0.195	0.201	0.201	0.205	0.198	0.204	0.196	0.201
6	0.183	0.178	0.174	0.174	0.182	0.180	0.159	0.174	0.179	0.191
7	0.330	0.232	0.278	0.294	0.175	0.305	0.246	0.284	0.302	0.333
8	0.194	0.171	0.180	0.147	0.175	0.188	0.179	0.198	0.193	0.183
9	0.433	0.194	0.396	0.407	0.409	0.407	0.406	0.417	0.412	0.418
10	0.785	0.981	0.924	0.877	0.884	1.138	0.843	1.159	0.864	0.882
11	4.426	4.599	4.631	4.662	4.491	4.579	4.439	4.546	4.370	4.398
12	0.470	0.483	0.455	0.485	0.485	0.472	0.476	0.461	0.469	0.458
13	0.167	0.123	0.136	0.158	0.156	0.158	0.154	0.166	0.161	0.163
14	1.950	1.948	1.893	1.975	1.927	1.922	1.881	1.951	1.870	1.925
15	0.259	0.242	0.232	0.244	0.246	0.257	0.242	0.253	0.230	0.261
16	0.196	0.169	0.170	0.183	0.200	0.182	0.185	0.197	0.193	0.202
17	0.928	0.957	0.949	0.950	0.948	0.915	0.907	0.936	0.930	0.933

表2 急支糖浆相似度评价结果  
Table 2 Similarities of 10 batches of Jizhi Syrup

样品	相似度										
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	对照
S1	1.000	0.998	0.999	1.000	0.999	0.998	1.000	0.998	1.000	1.000	0.999
S2	0.998	1.000	0.999	0.999	0.999	0.999	0.999	0.998	0.999	0.998	0.999
S3	0.999	0.999	1.000	1.000	1.000	0.999	1.000	0.999	1.000	0.999	1.000
S4	1.000	0.999	1.000	1.000	1.000	0.999	1.000	0.998	1.000	1.000	1.000
S5	0.999	0.999	1.000	1.000	1.000	0.999	1.000	0.999	1.000	0.999	1.000
S6	0.998	0.999	0.999	0.999	0.999	1.000	0.999	1.000	0.999	0.999	0.999
S7	1.000	0.999	1.000	1.000	1.000	0.999	1.000	0.998	1.000	1.000	1.000
S8	0.998	0.998	0.999	0.998	0.999	1.000	0.998	1.000	0.999	0.999	0.999
S9	1.000	0.999	1.000	1.000	1.000	0.999	1.000	0.999	1.000	1.000	1.000
S10	1.000	0.998	0.999	1.000	0.999	0.999	1.000	0.999	1.000	1.000	1.000

9、12、15 h 进样，记录色谱图，计算各主要色谱峰相对峰面积 RSD 在 1.1%~1.4%，相对保留时间的 RSD 值在 0.4%~0.9%，结果表明供试品溶液在 15 h 内稳定。

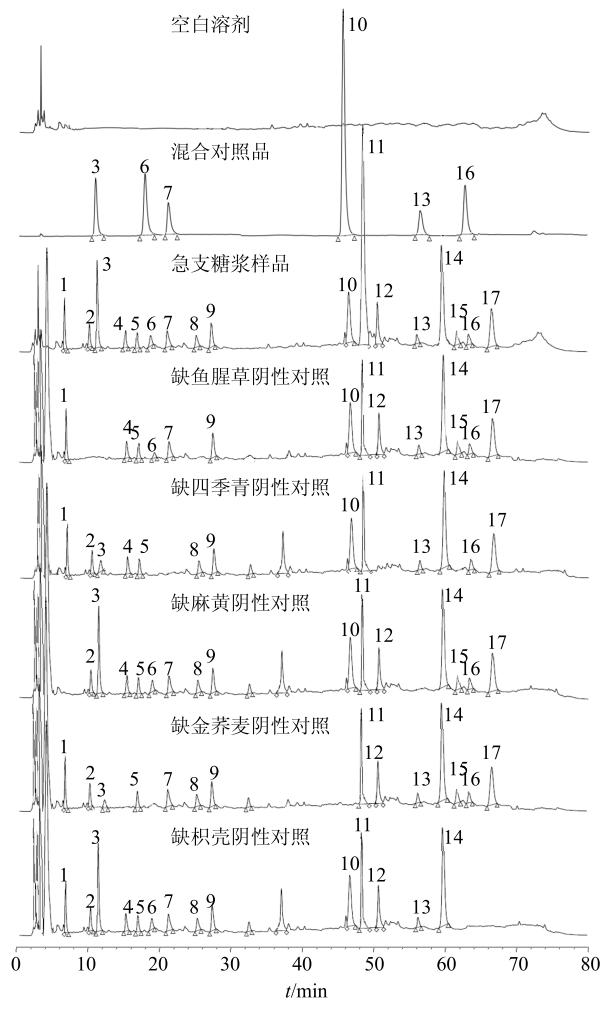
**2.3.4 重复性试验** 取同一批（批号 15040368）供试品，按“2.2.2”项下方法平行制备 6 份，依次测定，记录色谱图，计算各主要色谱峰相对峰面积 RSD 在 0.5%~1.1%，相对保留时间的 RSD 值在 0.1%~0.4%，结果表明方法重复性良好。

**2.3.5 色谱峰的指认** 分别取供试品溶液、空白溶剂、阴性对照溶液及混合对照品溶液，按“2.1”项下色谱条件进行测定，色谱图见图 2。通过与阴性对照及混合对照色谱峰进行比对分析，可以指认出指纹图谱中 2、8 号峰来源于鱼腥草，4、10 号峰来源于金荞麦，7、12、15 号峰来源于四季青，1、13 号峰来源于麻黄，16、17 号峰来源于枳壳，而 3、6 号峰为鱼腥草、金荞麦和四季青共同拥有；同时可以对供试品色谱图中 6 个指纹峰进行指认定性，分别为 3 号峰为原儿茶酸、6 号峰为原儿茶醛、7 号峰为绿原酸、10 号峰为阿魏酸、13 号峰为盐酸麻黄碱、16 号峰为柚皮苷。

#### 2.4 急支糖浆中 6 个主要成分的定量测定

**2.4.1 色谱条件及样品制备** 按照“2.1”“2.2.1”和“2.2.2”项下方法同法处理。

**2.4.2 线性关系的考察** 取混合对照品溶液，分别精密量取 0.2、0.4、0.8、1.0、2.0、5.0 mL 置 10 mL 量瓶内，加 0.8% 冰醋酸水溶液-乙腈（20：80）稀释至刻度，摇匀，分别取 10 μL 注入色谱仪进行分析，记录色谱图。以对照品质量浓度为横坐标（X），



3-原儿茶酸 6-原儿茶醛 7-绿原酸 10-阿魏酸 13-盐酸麻黄碱  
16-柚皮苷  
3-protocatechuic acid 6-protocatechualdehyde 7-ferulic acid  
10-chlorogenic acid 13-ephedrine hydrochloride 16-naringin

图2 急支糖浆 HPLC 图

Fig. 2 HPLC of Jizhi Syrup

峰面积为纵坐标 ( $Y$ )，绘制标准曲线，求得回归方程分别为原儿茶酸： $Y=1.120.54 X-16.76$ ,  $r=0.999\ 8$ ，线性范围  $0.364\sim9.105\ \mu\text{g/mL}$ ；原儿茶醛  $Y=1.097.32 X+209.13$ ,  $r=0.999\ 3$ ，线性范围  $0.396\sim9.890\ \mu\text{g/mL}$ ；阿魏酸  $Y=6.900.11 X-21.09$ ,  $r=0.999\ 0$ ，线性范围  $0.506\sim12.660\ \mu\text{g/mL}$ ；绿原酸  $Y=1.901.23 X+222.08$ ,  $r=0.998\ 7$ ，线性范围  $0.328\sim8.190\ \mu\text{g/mL}$ ；盐酸麻黄碱  $Y=1.289.02 X-112.65$ ,  $r=0.999\ 2$ ，线性范围  $0.302\sim7.540\ \mu\text{g/mL}$ ；柚皮苷  $Y=2.158.38 X-210.54$ ,  $r=0.999\ 5$ ，线性范围  $0.404\sim10.110\ \mu\text{g/mL}$ 。

**2.4.3 仪器精密度试验** 取同一批供试品（批号 15040368）溶液连续进样 6 针，记录色谱图。结果原儿茶酸、原儿茶醛、阿魏酸、绿原酸、盐酸麻黄碱和柚皮苷峰面积的 RSD 分别为  $0.52\%$ 、 $0.77\%$ 、 $0.83\%$ 、 $0.73\%$ 、 $0.53\%$  和  $0.98\%$ ，表明仪器精密度良好。

**2.4.4 稳定性试验** 取同一批供试品（批号 15040368）溶液，分别于  $0$ 、 $3$ 、 $6$ 、 $9$ 、 $15$ 、 $18$ 、 $24$  h 进样，记录色谱图。结果原儿茶酸、原儿茶醛、阿魏酸、绿原酸、盐酸麻黄碱和柚皮苷峰面积的 RSD 分别为  $0.89\%$ 、 $1.11\%$ 、 $1.05\%$ 、 $1.43\%$ 、 $0.79\%$  和  $1.29\%$ ，表明供试品溶液在  $24$  h 内稳定。

**2.4.5 重复性试验** 精密量取同一批供试品（批号 15040368）溶液  $5\text{ mL}$ ，按“2.2”项方法平行制备 6 份，依“2.1”项下色谱条件进行分析，记录色谱图。结果原儿茶酸、原儿茶醛、阿魏酸、绿原酸、盐酸麻黄碱和柚皮苷质量浓度的 RSD 分别为  $1.35\%$ 、

$1.27\%$ 、 $1.47\%$ 、 $1.86\%$ 、 $1.05\%$  和  $0.69\%$ ，结果表明本方法重复性良好。

**2.4.6 加样回收率试验** 精密量取  $5\text{ mL}$  已测定的急支糖浆（批号 15040368）6 份，分别置于  $100\text{ mL}$  量瓶中，加入原儿茶酸、原儿茶醛、阿魏酸、绿原酸、盐酸麻黄碱和柚皮苷对照品各适量，按“2.2.2”项下方法制备，摇匀， $0.22\ \mu\text{m}$  微孔滤膜滤过，按“2.1”项下色谱条件进行分析，记录色谱图，计算各组分回收率。结果原儿茶酸、原儿茶醛、阿魏酸、绿原酸、盐酸麻黄碱和柚皮苷的平均回收率分别为  $99.0\%$ 、 $97.7\%$ 、 $99.8\%$ 、 $99.3\%$ 、 $99.2\%$ 、 $99.6\%$ ，RSD 分别为  $0.91\%$ 、 $1.60\%$ 、 $0.72\%$ 、 $0.34\%$ 、 $1.51\%$ 、 $0.80\%$ 。

**2.4.7 样品定量测定** 取急支糖浆供试品，按“2.2.2”项下方法制备，按“2.1”项下色谱条件分析，记录色谱图，按外标法计算样品中原儿茶酸、原儿茶醛、阿魏酸、绿原酸、盐酸麻黄碱和柚皮苷的质量浓度，结果见表 3。结果表明，10 批样品中原儿茶酸量在  $3.122\ 1\sim3.270\ 0\ \text{mg/mL}$ ，原儿茶醛量在  $5.108\ 6\sim5.224\ 9\ \text{mg/mL}$ ，阿魏酸量在  $8.893\ 2\sim9.120\ 8\ \text{mg/mL}$ ，绿原酸量在  $6.792\ 1\sim6.931\ 0\ \text{mg/mL}$ ，盐酸麻黄碱量在  $2.154\ 4\sim2.236\ 2\ \text{mg/mL}$ ，柚皮苷量在  $4.125\ 8\sim4.183\ 3\ \text{mg/mL}$ 。

### 3 讨论

将供试品溶液进行  $200\sim760\ \text{nm}$  紫外-可见光全波长扫描发现分别在  $212$ 、 $230$ 、 $265$ 、 $272$ 、 $280\ \text{nm}$  处有最大吸收，通过实验比较可知，在  $280\ \text{nm}$  处液相色谱图信号最丰富，最为适合指纹图谱研究，

表 3 样品测定结果

Table 3 Determination of six marker components

批号	质量浓度/( $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ )					
	原儿茶酸	原儿茶醛	阿魏酸	绿原酸	盐酸麻黄碱	柚皮苷
15040368	3.122 1	5.125 0	8.965 1	6.921 1	2.179 4	4.164 3
15070542	3.240 7	5.108 6	9.120 8	6.792 1	2.217 7	4.183 3
15090660	3.186 5	5.224 9	8.893 2	6.824 7	2.236 2	4.157 8
15100817	3.270 0	5.182 0	9.064 2	6.880 0	2.186 4	4.169 0
15100837	3.203 3	5.167 1	9.025 1	6.902 3	2.170 3	4.150 0
15100839	3.169 3	5.208 9	9.052 5	6.931 0	2.169 2	4.160 3
15100924	3.220 7	5.200 6	9.043 7	6.898 6	2.207 4	4.125 8
15101018	3.238 0	5.204 9	9.046 1	6.923 3	2.154 4	4.137 8
15010091	3.190 3	5.135 1	9.044 2	6.870 3	2.166 4	4.176 4
15010174	3.140 7	5.221 6	9.020 5	6.882 3	2.198 0	4.146 8

故本研究测定波长选择 280 nm。为寻求最佳分离效果，在选择流动相时先后考察甲醇-磷酸盐系统、甲醇-冰醋酸系统、乙腈-磷酸盐系统及乙腈-冰醋酸系统，结果以甲醇-0.2%磷酸水溶液系统和乙腈-1.0%冰醋酸水溶液系统试验所得色谱峰分离较好，但甲醇-0.2%磷酸水溶液系统峰数量较少，盐酸麻黄碱及原儿茶醛等色谱峰不能检出，所以流动相选择乙腈-1.0%冰醋酸水溶液系统，为减少缓冲液对仪器损失，降低冰醋酸浓度至 0.8%时峰形和数量不受影响，为改善峰形，加入 0.2%三乙胺效果明显。

本方法在指纹图谱研究过程中，共发现 17 个共有峰，通过与混合对照品比对，可以鉴别指认出其中 6 个主要成分，分别为原儿茶酸、原儿茶醛、阿魏酸、绿原酸、盐酸麻黄碱和柚皮苷；为考察急支糖浆质量，本研究建立了这 6 种成分定量测定方法，并对收集的 10 批急支糖浆进行定量分析。本实验建立的 HPLC 指纹图谱和定量测定法，方法快捷、简单、准确，能为系统评价急支糖浆的质量提供检验手段。

#### 参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2015.
- [2] 陈延军, 郝东伟, 杨立波. 急支糖浆或抗生素治疗单纯急性气管-支气管炎的随机对照临床研究 [J]. 中药药理与临床, 2015, 31(1): 262-264.
- [3] 屈巧玲. 急支糖浆的质量控制关键技术与评价标准研究 [D]. 成都: 成都中医药大学, 2007.
- [4] 余佳文, 彭涛, 官柳, 等. HPLC 法测定急支糖浆中盐酸麻黄碱、原儿茶酸和柚皮苷的含量 [J]. 重庆医学, 2009, 38(6): 667-668.
- [5] 杨水新, 严建民, 叶勇, 等. RP-HPLC 法测定急支糖浆中阿魏酸的含量 [J]. 中国中药杂志, 2000, 1(1): 54-55.
- [6] 李利军, 张瑞瑞, 孙科. 在线扫集-胶束毛细管电动色谱法分离测定急支糖浆中阿魏酸、原儿茶醛和原儿茶酸 [J]. 分析科学学报, 2013, 29(6): 777-780.
- [7] 杨滨, 屈巧玲, 王谦鹏. 急支糖浆中原儿茶酸等 4 种成分的含量测定 [J]. 中国中药杂志, 2007, 32(9): 858-860.
- [8] 邓开英, 秦剑, 周祥敏. 高效液相色谱法测定急支糖浆中盐酸麻黄碱的含量 [J]. 中国中药杂志, 2002, 27(1): 32-34.
- [9] 李强, 杜思邈, 张忠亮, 等. 中药指纹图谱技术进展及未来发展方向展望 [J]. 中草药, 2013, 44(22): 3095-3104.
- [10] 李家春, 孙兰, 李红娟, 等. 桂枝茯苓胶囊 HPLC 指纹图谱研究 [J]. 药物分析杂志, 2012, 43(7): 1333-1335.
- [11] 孙琴, 马丽, 李兰, 等. 板蓝根中红细胞凝集效应组分的谱效关系研究 [J]. 中草药, 2012, 43(1): 125-130.
- [12] 汪悦, 邵青, 瞿海斌, 等. 丹红注射液多元指纹图谱及多成分定量分析研究 [J]. 中草药, 2014, 45(4): 490-497.
- [13] 牛海军, 李晓亮, 李光辉, 等. 葛酮通络胶囊 HPLC 指纹图谱研究 [J]. 安徽医药, 2016, 20(2): 249-253.
- [14] 程宏英, 冯启余, 曹玉华, 等. 菊花中活性成分的高效液相色谱测定与指纹图谱研究 [J]. 分析科学学报, 2007, 23(3): 257-262.
- [15] 程红, 姚志红, 戴毅, 等. 中药复方制剂仙灵骨葆胶囊 HPLC 指纹图谱研究 [J]. 中国药学杂志, 2013, 48(10): 772-776.