

HPLC 测定降粘胶囊中绿原酸的含量

王婷婷^{1*}, 程诚¹, 周瑞²

(1. 江苏省连云港市药品检验所, 江苏 连云港 222006;
2. 江苏正大天晴药业股份有限公司, 江苏 连云港 222006)

[摘要] 目的: 建立测定降粘胶囊中绿原酸含量的高效液相色谱法。方法: 采用 Phenomenex C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相甲醇-0.2% 磷酸 (20:80), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 327 nm, 进样量 10 μL, 柱温 30 °C。结果: 绿原酸质量浓度在 4.344 ~ 130.3 mg·L⁻¹ ($r=0.9998$) 与峰面积呈良好线性关系, 平均加样回收率为 99.93% (RSD 0.12%)。结论: 方法测定降粘胶囊中绿原酸的含量, 简便、准确, 结果稳定, 可为降粘胶囊的质量评价提供依据。

[关键词] 降粘胶囊; 绿原酸; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)18-0148-03

[doi] 10.11653/syfy2013180148

HPLC Determination of Chlorogenic Acid in Jiangnian Capsules

WANG Ting-ting^{1*}, CHENG Cheng¹, ZHOU Rui²

(1. Lianyungang Institute for Drug Control, Lianyungang 222006, China;
2. Jiangsu Chia-tai Tianqing Pharmaceutical Co. Ltd., Lianyungang 222006, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the content of chlorogenic acid in Jiangnian Capsules by HPLC. **Method:** Phenomenex C₁₈ column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was used. The mobile phase was methanol-0.2% phosphoric acid (20:80) and the detecting wavelength was set at 327 nm; the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹, and the injection volume was 10 μL; the column temperature was kept at 30 °C. **Result:** The linear range of calibration curve was 4.344-130.3 mg·L⁻¹ for chlorogenic acid ($r=0.9998$). The average recovery rate was 99.93% (RSD 0.12%). **Conclusion:** The method is highly sensitive, quick and accurate with good repeatability, which can be used for the quality control of Jiangnian Capsules.

[Key words] Jiangnian Capsules; chlorogenic acid; HPLC

降粘胶囊是市一院研制的医院制剂, 由茵陈、生大黄、水蛭、生地龙、蜈蚣、丹参 6 味药组成的中药复方制剂, 具有化痰去瘀、泄热通络的功效, 用于中风后遗症、高黏血症^[1]。经处方分析, 茵陈的主要活性成分是绿原酸, 具有保肝利胆、抗氧化、抗菌、抗病毒、抗肿瘤、增强机体免疫等药理作用^[2-6]。本品质量标准无绿原酸检验项目, 为了进一步控制药品质量, 确保制剂疗效, 本文参考有关文献^[7-11], 采用高效液相色谱法对降粘胶囊中主要成分茵陈中的绿

原酸含量进行了测定。

1 材料

Agilent 1200 型高效液相色谱仪, Sartorius BP211D 型电子天平, USC-502 型超声波清洗器。

绿原酸对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 110753-200413), 降粘胶囊 (医院制剂, 每 40 丸重 3 g, 批号 20110906, 20120304, 20120325), 磷酸 (北京化工厂, AR 级别, 批号 20101110), 水为高纯水, 甲醇 (Fisher Scientific, 色谱纯, 批号 110606), 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液制备

2.1.1 对照品溶液的制备 取绿原酸对照品

[收稿日期] 20120924(002)

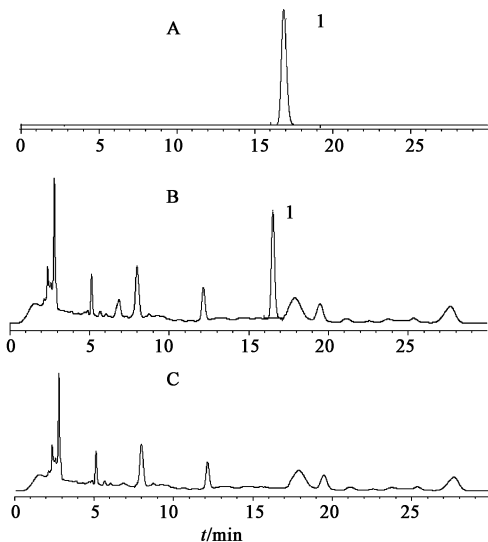
[通讯作者] * 王婷婷, 药师, 从事药物分析研究, Tel: 15189013882, E-mail: waitamessage@126.com

0.010 86 g,用50%甲醇溶液溶解并定容至25 mL量瓶,即得对照品储备溶液。精密量取1 mL置10 mL量瓶,加50%甲醇溶液定容,作为对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 取本品10粒内容物,置500 mL具塞锥形瓶中,加50%甲醇溶液200 mL,精密称定,超声提取35 min,放冷,再称定质量,用50%甲醇溶液补足减失质量,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。

2.1.3 阴性样品溶液的制备 按处方工艺制备缺茵陈药材的阴性样品,按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。

2.2 色谱条件与系统适用性试验 Phenomenex C₁₈色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相甲醇-0.2%磷酸溶液(20:80),流速1.0 mL·min⁻¹,检测波长327 nm,柱温30 ℃,进样量10 μL。在上述色谱条件下,对照品、样品及阴性样品色谱图见图1。由图1可见,样品色谱与对照品色谱相同保留时间处有色谱峰,而阴性样品无相应峰,说明样品中其他成分对绿原酸的测定无干扰,且绿原酸峰与相邻色谱峰均达到基线分离,分离度>1.5。



A. 对照品溶液;B. 供试品溶液;C. 阴性对照品溶液;1. 绿原酸

图1 降粘胶囊 HPLC 色谱

2.3 线性关系的考察 精密量取绿原酸对照品储备液5,3,2,1,0.5,0.3,0.1 mL分别置10 mL量瓶中,用50%甲醇定容摇匀,即得含相当于绿原酸0.217 2,0.130 3,0.086 9,0.043 4,0.021 7,0.013 0,0.004 3 g·L⁻¹的系列对照品溶液①~⑦,从低浓度到高浓度依次进样,进样体积10 μL,测定峰面积,以进样量(X)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标,绘制标准曲线,回归方程为 $Y = 1.04 \times 10^3 X + 2.73 \times 10^3$

($r = 0.999 8$)。结果表明绿原酸质量浓度在0.004 3~0.130 3 g·L⁻¹与峰面积呈良好线性关系。

2.4 精密度试验 在上述色谱条件下,取对照品溶液重复进样6次,每次10 μL,记录峰面积,RSD 0.85%。

2.5 稳定性试验 取样品(批号20120304)新配的供试品溶液分别在0,1,3,5,8,10,12 h进样10 μL,测定峰面积,结果RSD 1.02%,表明供试品溶液在12 h稳定。

2.6 重复性试验 精密称取同一批号的样品(批号20120304)按照2.1项下制备供试品溶液6份并测定含量。结果绿原酸的平均含量为0.886 5 mg/粒,RSD 1.12%,表明方法重复性良好。

2.7 加样回收试验 取已知含量的样品(批号20120304)9份,每份各5粒,分别置锥形瓶中,精密加入2.1.1项下对照品储备液6.0,10.0,14.0 mL(各3份),按供试品溶液的制备方法及上述色谱条件进行测定,计算加样回收率。结果见表1。

表1 降粘胶囊中绿原酸加样回收试验

加入量 /mg	测得值 /mg	回收率 /%	平均回 收率/%	RSD/%
2.606 4	7.035 8	99.88		
2.606 4	7.038 6	99.99		
2.606 4	7.036 9	99.92		
4.344 0	8.778 4	100.04		
4.344 0	8.769 5	99.84	99.93	0.12
4.344 0	8.762 5	99.68		
6.081 6	10.513 2	99.99		
6.081 6	10.516 0	100.03		
6.081 6	10.513 6	99.99		

注:样品中含量均为4.432 5 mg。

2.8 样品含量测定 依法对3批样品中的绿原酸含量进行了测定,结果3批样品中绿原酸含量分别为0.884 2,0.886 5,0.882 9 mg。

3 讨论

采用超声提取法比较乙醇和甲醇的提取效率,结果表明甲醇提取效率更高;考察了20%甲醇、35%甲醇、50%甲醇、65%甲醇、80%甲醇作为提取溶剂所得绿原酸的含量,结果表明50%甲醇提取效率最好。比较用50%甲醇超声25,35,45 min提取所得绿原酸含量,结果表明超声30 min已经提取完全。

考察了不同溶剂系统作为流动相进行试验,如

两种不同寄主桑寄生挥发油成分分析

李兵, 黄志其, 陈建惠, 韦建华, 卢汝梅*
(广西中医药大学, 南宁 530001)

[摘要] 目的: 研究寄主分别为桂花树和相思树桑寄生挥发油的化学成分。方法: 采用水蒸气蒸馏法提取桑寄生挥发油, 用气相色谱-质谱联用法分析鉴定其化学成分, 用面积归一化法确定其相对含量。结果: 寄主为桂花树桑寄生挥发油分离出 85 个色谱峰, 鉴定其中 52 个化合物, 占总量的 77.08%; 寄主为相思树桑寄生挥发油分离出 97 个色谱峰, 鉴定其中 29 个化合物, 占总量的 67.40%。结论: 水蒸气蒸馏法提取得到的 2 种不同寄主桑寄生挥发性成分及含量都有较大的差异。

[关键词] 桑寄生; 桂花树; 相思树; 挥发油; 水蒸气蒸馏法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)18-0150-05

[doi] 10.11653/syfj2013180150

Chemical Constituents of Essential Oils from Two Different Host of *Taxillus chinensis*

LI Bing, HUANG Zhi-qi, CHEN Jian-hui, WEI Jian-hua, LU Ru-mei*
(Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530001, China)

[Abstract] **Objective:** To study the chemical constituents of the essential oils from the host of *Osmanthus*

[收稿日期] 20121017(019)

[基金项目] 广西自然科学基金项目(2010GXNSFA013199), 广西壮族自治区教育厅科研项目(200911LX244)

[第一作者] 李兵, 硕士研究生, 讲师, 从事中药有效成分与质量标准研究, Tel:15994348543, E-mail:gxl0910@163.com

[通讯作者] * 卢汝梅, 博士研究生, 教授, 硕士生导师, 从事中药、民族药化学成分和质量标准研究, Tel:13507714262, E-mail:lrm1969@163.com

甲醇-水、乙腈-水、甲醇-醋酸(0.1%, 0.5%)、甲醇-磷酸(0.1%, 0.2%, 0.3%)等溶剂系统。结果表明以甲醇-0.2%磷酸(20:80)作为流动相时, 得到的绿原酸峰峰形良好, 且与相邻峰分离度均 > 1.5。

本实验采用外标法测定, 具有操作简便、快速准确、重复性好的特点, 能有效控制该制剂的内在质量。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010:698.
[2] 周燕. HPLC 法测定胆康胶囊中绿原酸的含量[J]. 药物分析杂志, 2011, 31(2):380.
[3] 吴卫华, 康楨, 欧阳冬生, 等. 绿原酸的药理学研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2006, 18(4):691.
[4] 吴江涛. 绿原酸的生物活性及其应用[J]. 现代农业科技, 2009, 19(5):34.

[5] 史秀玲, 高银辉. 绿原酸对小鼠急性肝损伤的保护作用[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(19):199.
[6] 张建华, 姚素波, 刘洁, 等. 绿原酸对小鼠免疫功能的影响[J]. 华西药学杂志, 2009, 24(4):343.
[7] 张丹, 李章万, 姜焱. HPLC 测定金银花、茵陈及其 10 种中成药中绿原酸的含量[J]. 药物分析杂志, 1996, 16(2):83.
[8] 胡彦武, 关颖丽, 姚慧敏, 等. 野生绵茵陈和花茵陈中绿原酸含量的比较[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(9):78.
[9] 周燕. HPLC 法测定胆康胶囊中绿原酸的含量[J]. 药物分析杂志, 2011, 31(2):380.
[10] 夏莲, 陈卫卫. HPLC 法测定清胰利胆颗粒中绿原酸[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(10):101.
[11] 曲静, 王艳春, 尹程鑫. 银翘解毒丸中绿原酸含量测定的研究[J]. 实用中医内科杂志, 2011, 25(5):43.

[责任编辑 仝燕]