

# HPLC 法测定肺炎平胶囊中原儿茶酸和原儿茶醛的含量

邢俊波<sup>1\*</sup>, 王朝红<sup>2</sup>

(1. 总后卫生部药品仪器检验所, 北京 100071; 2. 公安部物证鉴定中心, 北京 100038)

[摘要] 目的: 建立测定肺炎平胶囊中原儿茶酸和原儿茶醛的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法, 色谱柱为 Diamonsil-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-1% 醋酸溶液 (11: 89), 流速为 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长为 281 nm, 柱温 40 °C。结果: 原儿茶酸和原儿茶醛线性范围分别是: (0.082 4~ 0.824) μg,  $r = 0.999 9$ ; (0.012 4~ 0.124) μg,  $r = 0.999 7$ 。平均回收率分别为 97.67%, 101.68%; RSD 为 1.31%, 2.04%。结论: 该法分离好, 快速、简便, 可作为该产品的质量控方法。

[关键词] 肺炎平胶囊; 原儿茶酸; 原儿茶醛; 高效液相色谱法

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)03-0008-03

## Determination of Protocatechuic Acid and Protocatechualdehyde in Feiyanping Capsule by HPLC

XING Jun-bo<sup>1\*</sup>, WANG Zhao-hong<sup>2</sup>

(1. Institute for Drug and Instrument Control Health Dept GLD of PLA, Beijing 100071, China;  
2. Forensic Science Institute of Public Security Ministry, Beijing 100038, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for determination of protocatechuic acid and protocatechualdehyde in Feiyanping Capsule. **Methods:** The HPLC separation was performed on Diamonsil-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column with a mixture methanol-0.1% acetic acid solution (11: 89) as the mobile phase, at a flow rate of 1.0 mL·min<sup>-1</sup>. Detection wavelength was at 281 nm, and column temperature at 40 °C. **Results:** The linear responses of protocatechuic acid and protocatechualdehyde were at a range of (0.082 4~ 0.824) μg,  $r = 0.999 9$  and (0.012 4~ 0.124) μg,  $r = 0.999 7$ ; the average recoveres were 97.67%, 101.68%; RSD 1.31% and 2.04% respectively. **Conclusion:** The method is simple, accurate, and suitable for quality control of Feiyanping Capsule.

[Key words] Feiyanping Capsule; protocatechuic acid; protocatechualdehyde; HPLC

肺炎平胶囊是由四季青、陈皮、甘草等 5 味中药组成的复方制剂, 具有清肺、止咳、化痰之功效, 临床用于肺热咳嗽, 痰多粘稠等。为了有效地控制该制剂的质量, 本文建立了制剂中原儿茶酸、原儿茶醛的高效液相测定方法, 以控制该药的质量, 效果良好, 定量准确、快速。

### 1 仪器与试剂

岛津 LC-10AD VP 高效液相色谱仪, SPD-

M10AVP-DAD 检测器, CLASS-VP 色谱工作站。

试剂 原儿茶酸对照品 (批号: 110809-200503) 和原儿茶醛对照品 (批号: 110810-200205), 购自中国药品生物制品检定所。甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 其它试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: Diamonsil-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 分析柱; 流动相: 甲醇-1% 醋酸溶液 (11: 89); 检测波长为 281 nm; 柱温: 40 °C。

**2.2 对照品溶液的制备** 取分别减压干燥至恒重的原儿茶酸和原儿茶醛对照品适量, 精密称定, 分别

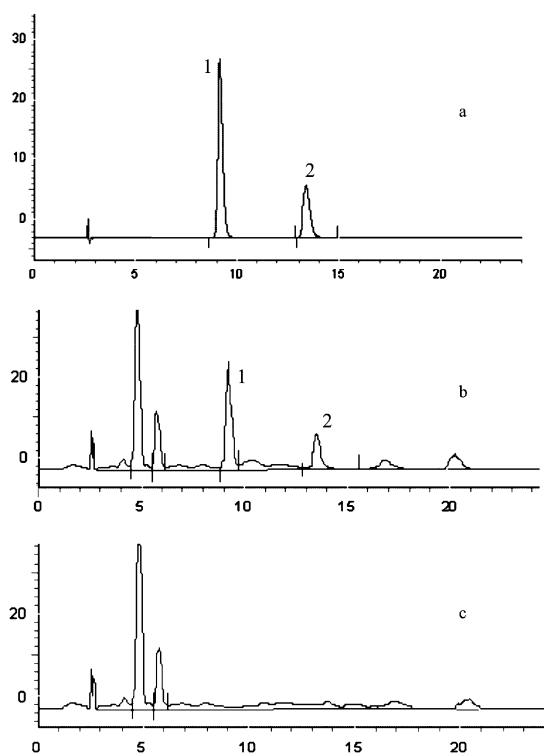
[收稿日期] 2007-08-20

[通讯作者] \* 邢俊波, Tel: (010) 66949080; E-mail: junboxing89@sian.com

加甲醇制成每 1 mL 含原儿茶酸 40 μg、原儿茶醛 6 μg 的溶液, 即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品 20 粒的内容物, 精密称定, 研细, 取约 1.0 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 密塞, 称定重量, 加热回流 1 h, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 20 mL, 蒸干, 残渣加水 10 mL 使溶解, 用稀盐酸调节 pH 值至 2, 用乙醚提取 4 次, 每次 10 mL, 合并乙醚提取液, 挥干, 残渣用甲醇溶解, 转移至 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**2.4 系统适用性试验** 按处方量配制缺四季青药材的阴性对照样品, 照正文含量测定项下方法测定, 比较了供试品溶液、原儿茶酸和原儿茶醛对照品溶液、阴性对照样品液的色谱图, 结果样品中原儿茶酸和原儿茶醛峰与其它组分色谱峰能达到基线分离, 阴性对照液中色谱峰对测定无干扰(见图 1)。



a. 对照品溶液; b. 供试品溶液; c. 阴性溶液;

1. 原儿茶酸; 2. 原儿茶醛

图 1 肺炎平胶囊的高效液相色谱图

**2.5 线性关系的考察** 精密吸取原儿茶酸与原儿茶醛对照品溶液(每 1 mL 含原儿茶酸 41.2 μg、原儿茶醛 6.2 μg), 分别进样 2, 4, 6, 10, 15, 20 μL, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 以进样量(μg)为横坐标(X), 峰面积为纵坐标(Y)绘制标准曲线, 计算回归方程。

原儿茶酸回归方程为:

$$Y = 1.48 \times 10^6 X + 2.16 \times 10^3, r = 0.9999$$

在(0.082 4~ 0.824) μg 范围内有良好的线性关系;

原儿茶醛回归方程为:

$$Y = 4.92 \times 10^6 X - 1.51 \times 10^3, r = 0.9997$$

在(0.012 4~ 0.124) μg 范围内有良好的线性关系。

**2.6 样品溶液稳定性试验** 将待测样品溶液, 在室温下贮存, 每间隔一定时间进样测定, 原儿茶酸平均峰面积为 6 081 445, RSD 为 1.86%; 原儿茶醛平均峰面积为 314008, RSD 为 2.09%。结果表明, 供试品溶液在 20 h 内基本稳定。

**2.7 精密度试验(重复性试验)** 取同一批号的肺炎平胶囊(批号: 060822) 6 份, 按含量测定方法平行试验, 测得原儿茶酸平均含量为 1.015 4 mg·g<sup>-1</sup>, RSD 为 1.37%; 原儿茶醛含量 0.160 2 mg·g<sup>-1</sup>, RSD 为 1.16%。

**2.8 准确度试验(加样回收率试验)** 称取已知含量的同一批样品(6 份), 精密称定, 分别精密加入一定量的原儿茶酸和原儿茶醛对照品, 按上述方法制备供试液, 测定计算回收率, 结果见表 1。结果表明本方法具有良好的回收率。

表 1 原儿茶酸与原儿茶醛加样回收率试验

被测成分名称	样品中含量 (mg)	加入量 (mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
原儿茶酸	0.510 5	0.54	1.031 4	96.46	97.67	1.31
	0.512 5	0.54	1.036 8	97.10		
	0.510 2	0.54	1.030 2	96.28		
	0.514 0	0.54	1.046 2	98.55		
	0.510 6	0.54	1.048 1	99.53		
	0.509 1	0.54	1.038 9	98.11		
原儿茶醛	0.080 5	0.075	0.157 9	103.11	101.68	2.04
	0.080 9	0.075	0.1586	103.68		
	0.080 5	0.075	0.156 4	101.24		
	0.081 1	0.075	0.1554	99.11		
	0.080 6	0.075	0.158 2	103.47		
	0.080 3	0.075	0.154 9	99.49		

**2.9 样品测定** 分别精密吸取对照品溶液和供试液各 10 μL, 依上述色谱条件测定, 结果见表 2。

(下转第 12 页)

(上接第 9 页)

表 2 样品中原儿茶酸和原儿茶醛含量测定结果( $n=4$ )

样品	原儿茶酸含量 (mg/粒)	RSD (%)	原儿茶醛含量 (mg/粒)	RSD (%)
060822	0.304 6	0.86	0.048 1	1.02
060824	0.312 5	0.83	0.055 7	1.26
060826	0.308 5	1.05	0.049 4	1.09

### 3 讨论

本文建立于 HPLC 方法测定制剂中的活性成分原儿茶酸和原儿茶醛的含量, 该法精密度高、重复性好, 为肺炎平胶囊提供了质量控制。

流动相的选择: 试验比较了甲醇-水, 乙腈-水,

甲醇-磷酸, 乙腈-磷酸甲醇-醋酸, 乙腈-醋酸等系统, 最后确定了甲醇-1%醋酸溶液(11:89)作为流动相, 原儿茶酸和原儿茶醛得到了良好的分离。

在样品提取中, 采取先用甲醇提取, 再酸化, 最后用乙醚萃取的纯化过程, 结果表明, 有效成分提取完全, 且色谱峰分离良好, 有效地消除了杂质峰的干扰。

### [参考文献]

- [1] 许重远, 陈振德, 陈志良, 等. 金毛四季青的化学成分研究[J]. 解放军药学报, 2000, 16(2): 65.
- [2] 吴佩颖, 张 彤, 陶建生, 等. 四季青酚类成分提取工艺研究[J]. 中成药, 2006, 28(3): 8.