

高效液相色谱法测定莠勃乳蛾消颗粒中牛蒡苷的含量

王兆华, 张大军, 赵玉兰, 徐国经
(吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021)

摘要:目的: 应用高效液相色谱法测定莠勃乳蛾消颗粒中牛蒡苷的含量。方法: 采用 Diamonsil-C₁₈ 柱(5 μ m, 150mm \times 4.6mm), 乙腈-水(28: 72)为流动相, 检测波长 280nm。结果: 该方法的线性范围为 0.2875~ 1.4375 μ g, $r = 0.9994$, $n = 5$, 平均回收率为 98.09%, $RSD = 0.73\%$ 。结论: 本方法简便、准确、灵敏, 可用于该制剂的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 牛蒡苷; 莠勃乳蛾消颗粒

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)01-0010-02

Determination of Arctiin in Bangboruexiao Granules by HPLC

WANG Zhao-hua, ZHANG Da-jun, ZHAO Yu-lan, XU Guo-jing

(Academy of Traditional Chinese medicine and Meteria Medica of Jilin Province, Changchun 130021, China)

Abstract: Objective: To determine the content of Arctiin in Bangboruexiao Granules by high performance liquid chromatography. Methods: The determination was conducted by HPLC using a Diamonsil-C₁₈ column(5 μ m, 150mm \times 4.6mm) and a mobile phase of acetonitrile-water(28: 72). The detection wavelength was 280nm. Results: Good linear relationship between area and amount was noted for 0.2875~ 1.4375 μ g of Arctiin with a correlation coefficient of 0.9994 and n was 5. The average recovery of Arctiin was 98.09%, RSD was 0.73%. Conclusion: The established method is simple, accurate, sensitive and can be applied to the quality control of the preparation.

Key words: HPLC; Arctiin; Bangboruexiao Granules

莠勃乳蛾消颗粒是由牛蒡子、马勃、升麻等 6 味中药制成的颗粒剂。具有疏散风热, 清热解毒, 利咽消肿功能。临床用于急性扁桃体炎、急性咽炎等属于风热实证者, 取得较好疗效。其方中牛蒡子为主要药物, 我们选择牛蒡子中牛蒡苷含量来评价制剂质量。牛蒡苷的含量测定方法有薄层扫描法^[1], 高效液相色谱法^[2]。本方采用高效液相色谱法, 对制剂中牛蒡苷进行含量测定, 以控制该制剂的质量。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-9 AT 高效液相色谱仪; SPD-6AV 紫外检测器; KQ-250 型超声波处理器; 牛蒡苷对照品(购于中国药品生物制品检定所, 批号: 0819-9802, HPLC 面积归一化法, 测定含量为 98.52%); 莠勃乳蛾消颗粒, 由吉林省中医中药研究院剂型室提供; 乙腈为色谱纯(Fisher USA), 其他化学试剂均为国产, AR 级。

2 方法与结果

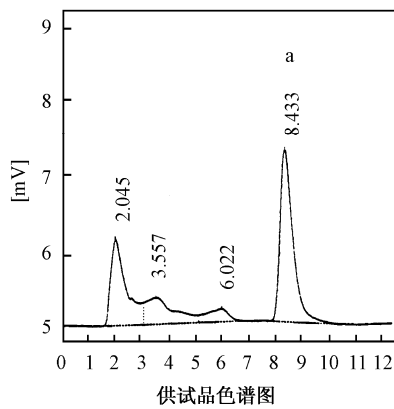
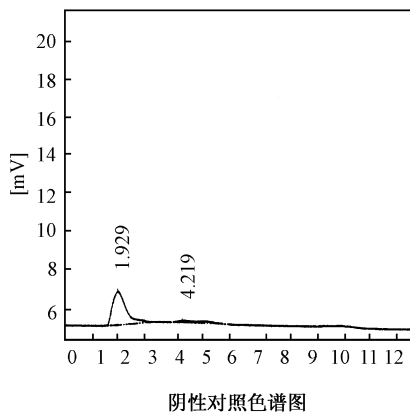
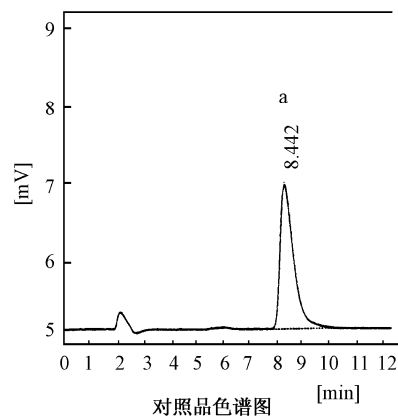
2.1 色谱条件^[3] 色谱柱: Diamonsil-C₁₈ 柱(5 μ m,

4.6mm \times 150mm), 流动相为乙腈-水(28: 72), 流速: 1ml/min, 紫外检测波长: 280nm, 理论塔板数按牛蒡苷计算, 不低于 1500, 柱温为室温。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取于五氧化二磷真空干燥 24h 的牛蒡苷对照品适量, 加甲醇溶解, 并配制成每 1ml 含 0.0575mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液和阴性对照溶液的制备 取样品, 研细, 取约 50mg, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加甲醇 25ml, 称定重量, 超声处理(功率 250W, 频率 20KHZ) 20min, 取出, 放冷, 再称定重量, 加甲醇补足减失的重量, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μ m) 滤过, 取续滤液, 作为供试品溶液。另按处方量制备不含牛蒡子药材的阴性样品, 按供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 10 μ l, 按上述色谱条件测定, 结果表明, 阴性对照溶液色谱图中与对照品位置处无干扰, 此法可行(见图 1)。

2.4 线性关系考察 精密吸取牛蒡苷对照品溶液 5、10、15、20、25 μ l, 分别注入高效液相色谱仪中进行



a—牛蒡苷

图 1 HPLC 色谱图

分析,测定,以对照品的峰面积为纵坐标,以进样量(μg)为横坐标,绘制标准曲线,得一条通过原点的直线,回归方程为: $Y = 122760.348X - 2835.200$, $r = 0.9994$, $n = 5$,结果表明牛蒡苷在 $0.2875 \sim 1.4375 \mu\text{g}$ 范围内,进样量与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取供试品溶液,连续 5 次进样,测得相对偏差 $RSD = 0.54\%$ ($n = 5$)。

2.6 稳定性试验 精密吸取供试品的溶液在 0.2、4.8h,分别进样,进行测定。结果其 $RSD = 0.97\%$,可见供试品溶液中牛蒡苷在 8h 内,含量稳定。

2.7 重现性试验 精密称取同一批号样品 5 份,按

供试品溶液的制备方法制备,依法进样分析,样品中牛蒡苷含量的 $RSD = 0.66\%$ ($n = 5$),表明其重现性良好。

2.8 加样回收率试验 精密称取牛蒡苷对照品适量,加入已测知牛蒡苷含量的样品(取约 0.12g,精密称定)中,置具塞锥形瓶中,精密加甲醇 60ml,按供试品溶液的制备方法制备,进样,测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验测定结果

No	样品中牛蒡苷含量(mg)	牛蒡苷对照品加入量(mg)	实测值(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	2.81	2.70	5.43	97.04		
2	2.86	2.69	5.50	98.14		
3	2.58	2.84	5.38	98.59	98.09	0.73
4	2.85	2.72	5.51	97.79		
5	2.73	2.69	5.39	98.88		

2.9 样品的含量测定 分别称取不同批号样品,分别按供试品溶液制备各方法制备,分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液 10 μl ,进行分析,计算蒡勃乳蛾消颗粒中牛蒡苷含量,结果见表 2。

表 2 蒡勃乳蛾消颗粒中牛蒡苷含量测定结果

批号	牛蒡苷含量(mg/g)
20020701	22.83 22.88
20020702	19.89 19.84
20020703	20.56 20.51

3 讨论

在实验过程中,曾选用甲醇-水(25:75)、甲醇-水-冰醋酸(30:70:0.2)等多种流动相,因其色谱峰分离效果不理想,而未被采用。经实验摸索,确定乙腈-水(28:72)为流动相,能使色谱峰得到较好分离,且保留时间较短,而被采用。

本实验采用高效色谱法,测定了蒡勃乳蛾消颗粒中牛蒡苷的含量。其方法简便、准确、灵敏,回收率及精密度都较好,可为该制剂的质量控制提供一个有效的检测指标。

参考文献:

- [1] 孙文基,沙阵方,袁勇,等.牛蒡子中牛蒡苷及其苷元薄层扫描内标法测定[J].药物分析杂志,1993,13:178.
- [2] 赵岚,章曙丹,倪晟,等.RP-PLC 法测定牛蒡子中木脂素的含量[J].药学学报,1995,30(1):41.
- [3] 国家药典委员会.中华人民共和国药典[S].一部.北京:化学工业出版社,2000.53.