

HPLC 法测定凉解感冒合剂中牛蒡子苷的含量

赵 岚 章曙丹 倪 晟 (浙江省中药研究所, 杭州 310023)

摘要 用高效液相色谱法, 以牛蒡子苷为对照品, 测定了新药凉解感冒合剂中主要成分牛蒡子所含的牛蒡子苷的含量。牛蒡子苷浓度在 $3.06 \sim 24.48 \mu\text{g/ml}$ 范围内有良好线性关系, 回收率为 100.2% , $\text{RSD } 0.22\% (n=5)$ 。

主题词 凉解感冒合剂 牛蒡子苷 HPLC

中药三类新药凉解感冒合剂由大青叶、牛蒡子等七味中药组成。其中大青叶为君药, 据文献报道, 大青叶所含的靛玉红、靛蓝为其主要成分, 但是由于它们均是脂溶性成分, 故在本合剂中靛玉红、靛蓝的量极少。而臣药牛蒡子所含的牛蒡子苷为水溶性成分, 在牛蒡子药材中牛蒡子苷含量高达 5% 以上, 本文拟以牛蒡子苷为指标成分, 对该药进行含量测定的研究。

实 验 部 分

1 试剂与仪器

1.1 试剂

牛蒡子苷对照品: 卫生部药品生物制品鉴定所提供, 经精制, 在本色谱系统中呈单一色谱峰。

乙腈: 英国 BDH 公司

1.2 仪器

日本岛津 LC-10A, SPD-10A 检测器, CR-

4A 数据处理机; 色谱柱: $0.15 \text{ m} \times 6.0 \phi$, Shim-Pack CLC-ODS; 流动相: 乙腈-水 = $30:70$, 1 ml/min ; 检测波长 278 nm , 柱温: 室温; 纸速: 3 mm/min ; 衰减 $\text{AT} = 3$, 进样量: $20 \mu\text{l}$ 。

2 对照品溶液的配制及标准曲线的绘制

取室温真空干燥至恒重的牛蒡子苷对照品(按峰面积归一化计算含量为 97.5%) 15.30 mg , 加甲醇溶解并定容 100 ml (0.1530 mg/ml); 分别取上述对照品液 0.1 、 0.2 、 0.4 、 0.6 、 0.8 ml 于 5 ml 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀; 浓度分别为: $3.06 \mu\text{g/ml}$, $6.12 \mu\text{g/ml}$, $12.24 \mu\text{g/ml}$, $18.36 \mu\text{g/ml}$, $24.48 \mu\text{g/ml}$, 每一浓度对照品液进样 $20 \mu\text{l}$, 共三次, 求得峰面积的平均值。

以峰面积为纵坐标, 牛蒡子苷浓度为横坐标绘制标准曲线, 计算得回归方程。

$$y = 5876.520x + 1339.360 \quad r = 0.9998$$

牛蒡子苷在 $3.06 \sim 24.48 \mu\text{g/ml}$ 范围内, 其峰

面积与浓度呈良好的线性关系。

3 凉解感冒合剂含量测定

精密吸取 1 ml 样品, 置 100 ml 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 以 0.45 μ m 的滤膜过滤, 取续滤液作为供试品液, 精密量取续滤液 20 μ l, 注入高效液相色谱仪, 记录色谱图, 量取峰面积; 另取牛蒡子苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 ml 约含 10 μ g 的溶液, 同法测定, 计算, 即得。见图 A、B、C。

4 加样回收率试验

精密量取本品 1 ml, 加入牛蒡子苷对照品溶液(1.53 mg/ml 或 0.98 mg/ml) 1 ml 或 2 ml, 稀释至 250 ml, 摇匀, 以 0.45 μ m 的滤膜过滤, 取续滤液作为供试品液, 以下按样品的含量测定法测定, 结果如下表 1

表 1 回收率测定结果

样品量 (ml)	样品中 含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)
1.0	1.4892	1.530	3.0211	1.5319	100.1
1.0	1.4892	1.530	3.0219	1.5327	100.2
1.0	1.4892	1.530	3.0213	1.5321	100.1
1.0	1.4892	1.530	3.0280	1.5388	100.6
1.0	1.4892	1.960	3.4514	1.9622	100.1

$\bar{x} = 100.2\%$ $RSD = 0.22\%$

5 精密度和重现性试验

5.1 精密度试验

同一份样品液, 进样 20 μ l 共 5 次, 其含量分别为: 1.489 mg/ml, 1.489 mg/ml, 1.490 mg/ml, 1.489 mg/ml, 1.489 mg/ml。 $\bar{x} = 1.489$

$RSD = 0.030\%$

5.2 重现性试验

同一批号样品, 重复测定 5 次, 其含量分别为: 1.472 mg/ml, 1.489 mg/ml, 1.485 mg/ml, 1.477 mg/ml, 1.469 mg/ml。 $\bar{x} = 1.478$ $RSD = 0.57\%$

5.3 天间重现性试验:

同一批号样品, 在 5 天内分别测定其含量为 1.385 mg/ml, 1.393 mg/ml, 1.401 mg/ml, 1.379 mg/ml, 1.398 mg/ml, $\bar{x} = 1.391$ $RSD = 0.59\%$

讨 论

1 本文用合剂样品经适当稀释后, 直接进样, 测定其中的水溶性成分牛蒡子苷的含量, 方法快速、准确、可靠, 可作为考察凉解感冒合剂质量的检测手段^[1,2]。

2 在本文采用的色谱条件下, 牛蒡子苷的保留时间为 8 min 左右, 得到了很好的分离, 空白样品在此处虽有吸收, 但其峰面积小于样品的 1%, 可忽略不计^[3], 分离更完全的条件, 有待于进一步的摸索。

参 考 文 献

- 1 孙文基, 等. 牛蒡子中牛蒡苷及其苷元薄层扫描内标法测定. 药物分析杂志, 1993; 13(3): 178
- 2 WJ Sun, et al. Determination of Arctiin and Arctigenin in Fructus Arctii By Reverse-Phase HPLC. Acta Pharmaceutica Sinica. 1992; 27(7): 549
- 3 王宝琴, 等. 中成药质量标准与标准物研究. 北京: 中国医药科技出版社, 1994; 30.

收稿日期: 1996-06-19