

# 反相高效液相色谱法测定清火栀麦胶囊中穿心莲内酯的含量

谭建宁 (广西中医学院, 广西 南宁 530001)

**摘要:**目的 测定清火栀麦胶囊中穿心莲内酯的含量。方法 采用 RP-HPLC, 选用 Diamonsil C<sub>18</sub> 柱 (250 × 4.6 mm, 5 μm); 色谱条件为: 流动相: 甲醇-水 (15:85); 检测波长: 225 nm; 流速: 0.8 mL/min。结果 穿心莲内酯浓度在 0.0214 ~ 0.214 mg/mL 范围内线性关系良好 ( $r=0.9998$ ) 平均加样回收率为 95.64%, RSD=1.97%。结论 本测定方法简便、准确、重现性好, 可用于测定清火栀麦胶囊中穿心莲内酯的含量。

**关键词:** 反相高效液相色谱法; 清火栀麦胶囊; 穿心莲内酯

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 1007-7693(2005)05-0381-02

## Determination of andrographolide in Qinghuo Zhimai capsules

TAN Jian-ning (Guangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanning 530001, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To determine the content of andrographolide in Qinghuo Zhimai capsules by HPLC. **METHODS** The RP-HPLC was carried out on Diamonsil C<sub>18</sub> column (250 × 4.6 mm, 5 μm) using CH<sub>3</sub>OH-H<sub>2</sub>O (15:85) as a mobile phase. The detection wavelength was set at 225 nm. The flow rate was 0.8 mL·min<sup>-1</sup>. **RESULTS** Good linearity was obtained in the range of 0.0214 ~ 0.214 mg/mL ( $r=0.9998$ ). The average recover was 95.64% and RSD=1.97%. **CONCLUSION** The method is simple, accurate and reproducible. It can determine the andrographolide in Qinghuo Zhimai capsules.

**KEY WORDS** RP-HPLC; Qinghuo Zhimai capsules; andrographolide

清火栀麦胶囊<sup>[1]</sup>由穿心莲、栀子、麦冬三味药组成, 具有清热解毒, 凉血消肿的功效, 主要用于咽喉肿痛, 发热, 牙痛, 目赤等症。收载于卫生部药品标准中药成方制剂第 16 册 (1998 年)。为进一步完善质量控制标准, 本实验采用 RP-HPLC<sup>[2,3]</sup>对清火栀麦胶囊中穿心莲内酯的含量进行测定, 此法快速、准确、便捷。

### 1 仪器试剂及样品

#### 1.1 仪器

日本岛津 LC-10AT VP 型; SPD-10AT 紫外可见光检测器。

#### 1.2 试剂

重蒸水; 甲醇、无水乙醇均为色谱纯。

#### 1.3 对照品

穿心莲内酯 (中国药品生物制品检定所提供 0797-200105 供含测用)。

#### 1.4 样品

清火栀麦胶囊 (广西日田药业有限公司)

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件与系统适用性试验

十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂柱 (Diamonsil C<sub>18</sub> 250 mm × 4.6 mm, 5 μm)。检测波长: 225 nm; 流动相: 甲醇-水 (15:85); 流速: 0.8 mL/min; 灵敏度: 0.05 AUFS; 柱温: 室温。理论塔板数以穿心莲内酯峰计不低于 1000。

#### 2.2 穿心莲内酯对照品溶液制备

精密称取置硅胶干燥器减压干燥约 24h 的穿心莲内酯 (中国药品生物制品检定所提供 0797-200105 供含测用) 对照品 26.75 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 制成 1.070 mg/mL 穿心莲内酯对照品溶液, 作为穿心莲内酯对照品溶液。

#### 2.3 供试品溶液的制备

取本品内容物, 研细, 取约 0.5 g, 精密称定, 加无水乙醇 30 mL, 超声提取 30 min, 加入活性炭适量, 再超声提取 30 min, 滤过, 残渣用适量无水乙醇洗涤 2 次, 合并滤液, 水浴蒸去部分乙醇, 滤液置 10 mL 量瓶中, 加无水乙醇至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

#### 2.4 穿心莲药材溶液的制备

取穿心莲药材 0.2 g, 精密称定, 加无水乙醇 30 mL, 超声提取 30 min, 加入活性炭适量, 再超声提取 30 min, 滤过, 残渣用适量无水乙醇洗涤 3 次, 合并滤液, 滤液置 50 mL 量瓶中, 加无水乙醇至刻度, 摇匀, 作为穿心莲药材溶液。

#### 2.5 阴性对照实验

按清火栀麦胶囊的处方、工艺, 不加穿心莲, 制成阴性样品, 同供试品溶液的制备法制成阴性溶液, 在选定的色谱条件下, 准确进样 10 μL。色谱图见图 1, 从色谱图上看, 在该色谱条件下, 其他药材对穿心莲内酯的测定无干扰。

作者简介: 谭建宁 (1970-), 女, 壮族, 实验师, 主要从事中药分析工作。电话: 13077736977

表 1 清火栀麦胶囊中穿心莲内酯的加样回收率 (n=6)

Tab1 The recovery determination results of andrographolide in Qinghuozhimai capsules (n=6)

批号	对照品加入量 (mg)	样品含量 (mg/g)	测得量 (mg/g)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
000515	1.07	0.6616	1.7220	99.10		
000515	1.07	0.6616	1.7007	97.11		
000902	1.07	0.5044	1.5258	95.46		
000902	1.07	0.5044	94.21	1.5124	95.64	1.97
020815	1.07	0.7740	1.7746	93.51		
020815	1.07	0.7740	1.7843	94.42		

表 2 清火栀麦胶囊中穿心莲内酯含量测定结果 (n=4)

Tab1 The sample determination results of andrographolide in Qinghuozhimai capsules (n=4)

批号	样品重量 (g)	测定量 (mg/g)	测定量 (mg/粒)	RSD (%)
000515	0.5329	3.1439	1.4749	0.18
000516	0.5288	4.0779	1.9279	0.66
000517	0.5494	3.4647	1.5766	1.89
000902	0.5248	3.0118	1.4356	0.95
000903	0.5108	3.1118	1.5230	0.09
000904	0.5080	3.0016	1.4772	1.79
020508	0.5203	3.2219	1.5481	1.78
020813	0.5157	6.0844	1.5211	1.09
020814	0.5090	8.0992	2.0248	2.02
020815	0.5101	5.6564	1.4141	1.83

### 3 小结与讨论

3.1 本品经无水乙醇超声提取后,所得供试液颜色较深。利用活性炭对大分子化合物的吸附力大于小分子化合物的特点,经研究,在提取液中加入 0.1g 活性炭,超声 30min,能有效降低提取液的颜色,有利于保护色谱柱。对三批样品是否用活性炭脱色,对样品中穿心莲内酯含量测定结果的影响进行对比研究,结果显示,加入 0.1g 活性炭对提取液脱色,几乎不影响穿心莲内酯含量测定。回收率实验证明,加样回收率为 95.64%,测定值精密度和重现性均较好,表明穿心莲内酯提取完全。

3.2 该法稳定可靠,可作为该药品的含量控制方法。

### 参考文献

- [1] 药典委员会编,卫生部药品标准(中药成方制剂.第十六册) [S].1998:153.
- [2] 张艺,孟宪丽,赖先荣等. RP-HPLC 测定穿心莲片中穿心莲内酯的含量 [J]. 中草药,1995,26(4):191.
- [3] 黄捷.清火栀麦胶囊中穿心莲内酯的 HPLC 测定及稳定性考察 [J]. 中国现代应用药学杂志,2000,17(3):227.

收稿日期:2004-06-02

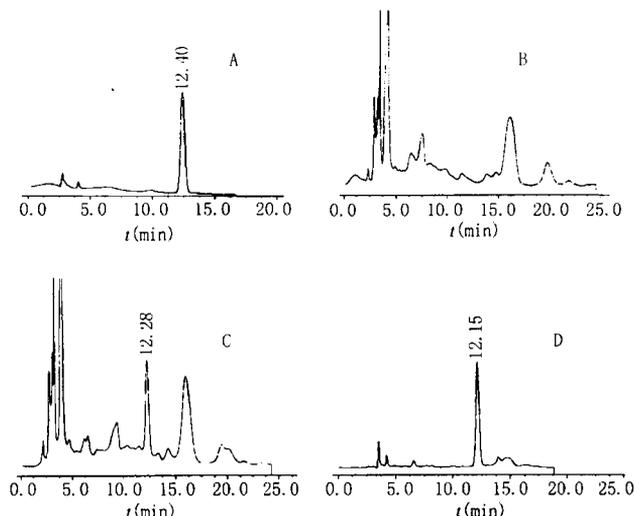


图 1 清火栀麦胶囊中穿心莲内酯 HPLC 图

Fig 1 HPLC chromatograms of andrographolide in Qinghuozhimai capsules

A.穿心莲内酯对照品;B.阴性样品;C.清火栀麦胶囊样品;D.穿心莲药材

A. reference substances of andrographolide; B. negative sample; C. Qinghuozhimai capsules sample; D. Herba Andrographis

### 2.6 线性及线性范围

分别精密吸取对照品溶液 0.2, 0.5, 1, 1.5, 2.0mL 置 10mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度。分别准确进样 10 $\mu$ L,在 225nm 处按色谱条件测定,以各对照品的峰面积为纵坐标,浓度为横坐标进行线性回归处理,得穿心莲内酯回归方程和相关系数为  $Y = 5306.54X - 2030$ ,  $r = 0.9998$ ,结果表明,穿心莲内酯在 0.0214 ~ 0.214mg/mL 内线性关系良好。

### 2.7 精密度实验

取对照品溶液,准确进样 10 $\mu$ L,重复 5 次进样测定。结果显示,RSD 值为 1.42%。

### 2.8 重复性实验

取同一批号(批号:000515)清火栀麦胶囊 5 份,按上述“2.3”项下供试品溶液同法制备,准确进样 10 $\mu$ L,按上述色谱条件测定含量。结果显示,RSD=2.08%。

### 2.9 加样回收率

按 2.3 法制备供试品溶液。精密称取已知含量的清火栀麦胶囊粉末 6 份,分别精密加入一定量的穿心莲内酯对照品,准确进样 10 $\mu$ L,按上述色谱条件进行测定。结果显示,穿心莲内酯的平均回收率为 95.63%,RSD=1.97%。结果见表 1。

### 2.10 样品中穿心莲内酯含量测定

取 10 个批号的样品,按上述“2.3”项下制备供试品溶液同法制备。另取穿心莲内酯对照品适量,用甲醇溶解并稀释成 0.11mg/mL 的溶液,分别准确进样 10 $\mu$ L,按上述色谱条件测定,测得穿心莲内酯峰面积值。以外标法计算样品中穿心莲内酯含量,RSD < 2.0%。结果见表 2。