

HPLC 检测羚翘解毒丸中牛蒡子苷的含量

欧志敏, 陈晓彦, 应国清* (浙江工业大学药学院, 杭州 310014)

摘要:目的 建立HPLC测定羚翘解毒丸中牛蒡子苷的含量。方法 采用Agilent EclipseDB-C₈柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm), 流速 1.000 mL·min⁻¹, 以甲醇-水(48:52)为流动相, 柱温为 30 ℃, 检测波长为 280 nm。结果 供试品溶液中牛蒡子苷与相邻组分分离度良好。牛蒡子苷在 0.017 0~0.085 1 g·L⁻¹内线性关系良好, 平均回收率为 96.6%, RSD 为 4.18%。结论 此法简便、快速, 可作为羚翘解毒丸质量控制的检测手段。

关键词: 羚翘解毒丸; 牛蒡子苷; 高效液相色谱

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)13-1204-03

Determination of Arctiin in Lingqiaojiedu pills by HPLC

OU Zhimin, CHEN Xiaoyan, YING Guoqing* (Pharmaceuticals College, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310014, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a HPLC method to determine arctiin in Lingqiaojiedu pills. **METHODS** Agilent EclipseDB-C₈ (4.6 mm×150 mm, 5 μm) with temperature of 30 ℃. The mobile phase was CH₃OH: H₂O (48:52), with flow rate of 0.8 mL·min⁻¹ and the detection wavelength was 280 nm. **RESULTS** This method had good resolution and good linear relationship between 0.017 0~0.085 1 g·L⁻¹. The average recovery of arctiin was 96.6% and RSD was 4.18%. **CONCLUSION** This method was simple and quick and can be used as the method for quantity control of Lingqiaojiedu pills.

KEY WORDS: Lingqiaojiedu pills; arctiin; HPLC

羚翘解毒丸有解热、抗炎、镇痛、镇静、抗病原微生物及增强免疫功能等作用, 可用于流感、上呼吸道感染等症, 由羚羊角、金银花、连翘、薄荷、荆芥穗、淡豆豉、牛蒡子、桔梗、淡竹叶、甘草等 10 味药材组成。牛蒡子的味辛苦、寒, 可疏散风热、宣肺透疹、解毒利咽, 对风热感冒、咽喉肿痛、咳嗽多痰等症状具有显著的疗效^[1]。牛蒡子苷属木脂素类化合物, 是牛蒡子的特征性有效成分^[2]。目前羚翘解毒丸的质量标准中只有西药的定量测定, 无关于牛蒡子苷的质量检测^[3]。为更好地控制产品质量, 保证其临床疗效的稳定性, 本试验采用高效液相色谱法(HPLC)测定羚翘解毒丸中牛蒡子苷的含量。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent HP1200 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司), Agilent EclipseDB-C₈(4.6 mm×150 mm, 5 μm)色谱柱, 超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司)。

1.2 试剂

甲醇(色谱纯), 重蒸水, 牛蒡子苷对照品(天

津一方科技有限公司, 批号: 200606, 纯度≥98%), 羚翘解毒丸(洛阳民生药业有限责任公司, 9 g·丸⁻¹, 批号: 070910)。

2 方法和结果

2.1 色谱条件

Agilent EclipseDB-C₈(4.6 mm×150 mm, 5 μm)色谱柱, 流动相为甲醇-水(48:52), 柱温 30 ℃, 进样量 10 μL, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 280 nm。

2.2 溶液制备

2.2.1 供试品溶液的制备 取羚翘解毒丸 3 粒, 精密称量得 26.788 2 g, 加入 45 mL 甲醇, 研磨成泥状, 超声 1 h, 超声取滤液, 定容成 25 mL。溶液经微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 滤液作为供试品溶液。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密量取适量牛蒡子苷对照品置于量瓶中, 加甲醇溶解定容, 浓度为 0.079 5 g·L⁻¹。溶液用微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 滤液为对照品溶液。

2.2.3 阴性溶液的制备 取除去牛蒡子以外的其他药材, 按处方比例及工艺制得不含牛蒡子的阴

作者简介: 欧志敏, 女, 副教授 Tel: 13018950216 E-mail: xiaoyao0399@126.com

E-mail: oozmm@163.com

*通信作者: 应国清, 男, 教授 Tel: 15988109467

性样品,按供试品溶液的制备方法操作制成阴性溶液,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,滤液为阴性对照品溶液。

2.3 检测波长的选择

取牛蒡子苷对照品溶液和供试品溶液, 200~400 nm 扫描^[4], 结果牛蒡子苷对照品溶液与供试品溶液均在 280 nm 处有最大吸收, 故选择 280 nm 为检测波长。

2.4 系统适用性试验

分别按照供试品及对照品溶液制备项下方法制备供试品及对照品溶液, 各进样 10 μL , 按“2.1”项下方法进行色谱分析。根据色谱行为确定牛蒡子苷的峰, 得牛蒡子苷保留时间为 3.4 min, 峰形尖锐、对称、陡峭, 无杂质峰干扰。见图 1。

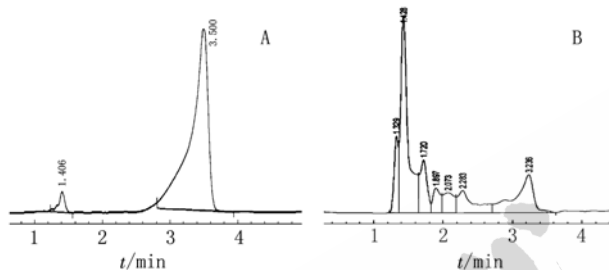


图 1 牛蒡子苷对照品和供试品的高效液相色谱图

A-对照品; B-供试品

Fig 1 HPLC of reference and test sample of arctiin

A-control; B-sample

2.5 线性关系考察试验

精密称取牛蒡子苷对照品, 加甲醇制成含牛蒡子苷分别为 0.017 0, 0.034 0, 0.051 1, 0.068 1, 0.085 1 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的系列对照品溶液, 进样 10 μL , 按“2.1”项下方法测定峰面积, 以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标进行线性回归, 得回归方程 $Y=3\,503.2X-25\,749$, $r=0.999\,5$ 。结果表明牛蒡子苷进样量在 0.017 0~0.085 1 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 内与峰面积有良好的线性关系。

2.6 方法专属性试验

按同样工艺制备缺牛蒡子药材的阴性对照品, 再按“2.2.3”项下方法制备阴性供试品溶液, 进样量 10 μL , 按色谱条件项下方法进行色谱分析。结果表明, 阴性对照无干扰。见图 2。

2.7 精密度试验

精密量取“2.2.2”项下对照品溶液 10 μL , 重复进样 10 次, 测的牛蒡子苷的平均峰面积为 271.38, $\text{RSD}=1.43\%$ 。

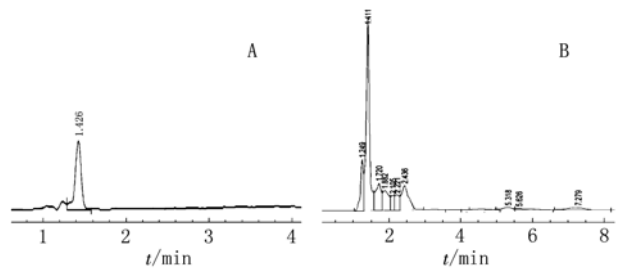


图 2 牛蒡子苷阴性对照品和阴性供试品的高效液相色谱图

A-对照品; B-供试品

Fig 1 HPLC of arctiin negative reference and test sample

A-Control; B-Sample

2.8 重复性试验

精密量取“2.2.1”项下供试品溶液 10 μL , 重复进样 5 次, 计算得牛蒡子苷的平均含量为 0.021 98 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, $\text{RSD}=2.35\%$ 。

2.9 加样回收率试验

取已知含量的羚翘解毒丸供试品溶液 1 mL, 精密加入牛蒡子苷对照品溶液 1 mL, 进行回收率试验, 结果见表 1。

表 1 回收率试验测定

Tab 1 Recovery rate experiment

药材中 含量/mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/ %
0.164 7		0.250 5	107.8		
0.167 7		0.247 5	100.4		
0.169 0	0.079 5	0.248 4	99.8	103.1	4.18
0.169 1		0.247 5	98.6		
0.159 9		0.246 3	108.7		

2.10 含量测定

按“2.2.1”项下所示的方法制备牛蒡子苷供试品溶液, 进样 5 次, 按色谱条件项下方法测定, 以标准曲线计算羚翘解毒丸中牛蒡子苷的含量。本品每克含牛蒡子以牛蒡子苷($\text{C}_{27}\text{H}_{34}\text{O}_{11}$)计, 为 0.052 g。

3 讨论

用 HPLC 测羚翘解毒丸中牛蒡子苷的含量, 经方法学考察, 证明此法准确、灵敏、简便、快速, 可作为羚翘解毒丸质量控制的检测手段。

参考文献

- [1] CHEN G Y, HUANG M X. Determination of arctiin in WeiC Yinqiao Pian by HPLC [J]. China Pharm(中国药业), 2008, 17(12): 52.
- [2] WANG J, SHA M, YANG H W, et al. Quantitative analysis of arctiin and arctigenin of *Arctium lappa* L. from different areas by HPLC [J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2003, 34(5): 467-468.

[3] LI J R, SUN B. HPLC determination of content uniformity of arctiin in Lingyang Ganmao capsules [J]. Heilongjiang Med J (黑龙江医学), 2008: 6-7.

[4] WANG X, LI F W, SUN Q L, et al. Application of preparative

high-speed counter-current chromatography for separation and purification of arctiin from *Fructus Arctii* [J]. J Chromatogr A, 2005, 1063(1): 247-251.

收稿日期: 2009-08-05