

- 现代应用药学), 2013, 30(4): 438-439.
- [3] RYBAK M J. The pharmacokinetic and pharmacodynamic properties of vancomycin [J]. Clin Infect Dis, 2006, 42(1): 35-39.
- [4] ABU-SHANDI K H. Determination of vancomycin in human plasma using high-performance liquid chromatography with fluorescence detection [J]. Anal Bioanal Chem 2009, 395(2): 527-532.
- [5] IWAMOTO T, KAGAWA Y, KOJIMA M. Factors influencing the overestimation of plasma vancomycin concentrations measured by the abbott TDX technique [J]. Ther Drug Monit, 2005, 27(1): 58-62.
- [6] 郭志磊, 范捷. 固相萃取和蛋白沉淀法在高效液相色谱法测定万古霉素血药浓度中的比较[J]. Chin J Hosp Pharm(中国医院药学杂志), 2013, 33(9): 745-747.
- [7] QIAN N P, QIAO F, WANG H, et al. Determination of the concentration of vancomycin by HPLC and microbiological method [J]. Chin J Med Appl Pharm(中国现代应用药学杂志). 2009, 26(11): 937-940.
- [8] CHENG Z T, GUO R C, WANG B J, et al. Determination and comparison of phenobarbital, carbamazepine and phenytoin in human serum by HPLC and FPIA methods [J]. Chin Pharm J (中国药学杂志), 2008, 43(12): 950-854.
- [9] BARES I F, PEHOURCQ F, JARRY C. Development of a rapid RP-HPLC method for the determination of clonazepam in human plasma [J]. J Pharm Biomed Anal, 2004, 36(4): 865-869.
- [10] BACKES D W, ABOLEEN H I, SIMPSON J A, et al. Quantitation of vancomycin and its crystalline degradation product in human serum by high performance liquid chromatography [J]. J Pharm Biomed Anal, 1998, 16(8): 1281-1287.
- [11] 焦志铁, 张树倩. 血浆去甲万古霉素的浓度测定[J]. 医药导报, 2008, 27(12): 1523-1525.
- [12] ITARU F, TOSHIHIRO K, TAKAYA KURODA, et al. Rapid serum vancomycin assay by high-performance liquid chromatography using a semipermeable surface packing material column [J]. Clin Chim Acta, 2000, 301(1/2): 31-39.
- [13] ZHANG T, WATSON D G, AZIKE C, et al. Determination of vancomycin in serum by liquid chromatography-high resolution full scan mass spectrometry [J]. J Chromatogr B, 2007, 857(2): 352-356

收稿日期: 2014-06-03

HPLC-荧光检测法测定枸杞子和五子衍宗丸中东莨菪内酯的含量

周建良, 刘伟, 陈碧莲, 祝明^{*}(浙江省食品药品检验研究院, 杭州 310004)

摘要: 目的 采用高效液相色谱-荧光检测法(HPLC-FLD)测定枸杞子和五子衍宗丸中东莨菪内酯的含量。方法 色谱条件: 色谱柱为 Agilent Extend-C₁₈ 柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-0.1%磷酸(18 : 82); 流速为 1.0 mL·min⁻¹; 柱温 30 °C; 荧光检测器激发波长 343 nm, 发射波长 458 nm。结果 东莨菪内酯在 41.63~2 082 pg 内线性关系良好(*r*=1), 回归方程 $Y=44\ 095X-44\ 660$, 在枸杞子药材中平均回收率为 101.1%, RSD 为 2.2%(n=9), 在五子衍宗丸中平均回收率为 102.6%, RSD 为 1.1%(n=9)。宁夏产的枸杞子东莨菪内酯含量高于其他产地。结论 该方法快速、简便、灵敏, 专属性、重复性良好, 有助于评价枸杞子的道地性以及初步区分样品的来源, 适用于枸杞子药材和五子衍宗丸中君药枸杞子的质量控制与评价。

关键词: 高效液相色谱-荧光检测法; 枸杞子; 五子衍宗丸; 东莨菪内酯

中图分类号: R917.101 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2015)04-0482-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2015.04.024

Determination of Scopoletin in Lycii Fructus and Wuzi Yanzong Pill by HPLC-Fluorescence Detection

ZHOU Jianliang, LIU Wei, CHEN Bilian, ZHU Ming^{*}(Zhejiang Institute for Food and Drug Control, Hangzhou 310004, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop an HPLC-fluorescence detection(HPLC-FLD) method for the determination of scopoletin in Lycii Fructus and Wuzi Yanzong pill. **METHODS** The chromatographic separation was performed on an Agilent Extend-C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm) with the mobile phase of acetonitrile-0.1% phosphoric acid (18 : 82). The flow rate was 1.0 mL·min⁻¹ at 30 °C, and the detection was performed at wavelengths of 343 nm and 458 nm for excitation and emission, respectively. **RESULTS** The calibration curve was linear in the range of 41.63~2 082 pg (*r*=1), and the regression equation was $Y=44\ 095X-44\ 660$. The average recovery was 101.1% in Lycii Fructus, and 102.6% in Wuzi Yanzong Pill with the RSD of 2.2%

作者简介: 周建良, 男, 博士, 副主任中药师, 硕导 Tel: (0571)86459425 E-mail: cpuzhou@163.com

*通信作者: 祝明, 女, 主任中药师

作者简介: 周建良, 男, 博士, 副主任中药师, 硕导 Tel: (0571)86734991 E-mail: zhumingd@hotmail.com

*通信作者: 祝明, 女, 主任中药师

and 1.1%, respectively. According to the assay result, the contents of scopoletin in Lycii Fructus collected from Ningxia province were higher than those from other origin. **CONCLUSION** The method is rapid, simple, sensitive and shows good specificity and reproducibility. It could be used to evaluate the genuineness of Lycii Fructus and control the quality of Lycii Fructus and Wuzi Yanzong pill.

KEY WORDS: HPLC-FLD; Lycii Fructus; Wuzi Yanzong pill; scopoletin

五子衍宗丸是中药经典古方五子衍宗方的成方制剂，源自唐代《悬解录》，由枸杞子、菟丝子(炒)、覆盆子、五味子(蒸)和车前子(盐炒)5味中药组成，具有补肾益精之功效，是治疗男性不育和提高精液质量的常用方剂^[1-2]。五子衍宗丸中，枸杞子为君药，现行标准收载于中国药典2010年版一部，无含量测定项^[2]。目前文献报道的五子衍宗丸含量测定主要是针对五味子甲素、五味子乙素^[3-4]及金丝桃苷^[5]等单一成分的HPLC-UV测定方法，以及金丝桃苷、山柰素、五味子醇甲、五味子甲素和五味子乙素5种成分的HPLC-DAD含量测定方法^[6]，均未涉及君药枸杞子特征性成分。在枸杞子药材的标准中，有收载甜菜碱的薄层扫描含量测定项。薄层扫描法误差较大且重复性较差，另外，笔者使用该方法在五子衍宗丸中几乎未能检测到甜菜碱。

在前期研究中，发现枸杞子药材及五子衍宗丸标准中枸杞子的薄层鉴别主要为一个蓝色荧光斑点。经刮板纯化并采用LC-MS和对照品比对等方法最终鉴定该斑点为东莨菪内酯。东莨菪内酯属于香豆素类化合物，具有抗肿瘤^[7]、降血压、降血脂^[8]、解痉^[9]、抗炎镇痛^[10]、保肝^[11]以及增强记忆^[12]等作用。另外，东莨菪内酯斑点在枸杞子药材和五子衍宗丸的鉴别中甚是明显，且具有一定特征性，故建立枸杞子和五子衍宗丸中东莨菪内酯的含量测定方法。

目前，测定枸杞子中的东莨菪内酯主要采用HPLC-UV法^[13-14]，最大吸收波长约为345 nm，在此波长下枸杞子中东莨菪内酯色谱峰响应很低，易受基线干扰，且笔者在五子衍宗丸样品中几乎未能检测到该色谱峰。东莨菪内酯有较强的荧光，因此，本实验选择高效液相色谱-荧光检测法(HPLC-fluorescence detection, HPLC-FLD)测定枸杞子和五子衍宗丸中东莨菪内酯的含量。荧光检测法使用激发波长和发射波长，可大大降低杂质峰的干扰，提高选择性、灵敏度和准确性。本实验建立的方法快速、简便、灵敏，选择性、重复性良好，为枸杞子药材和五子衍宗丸的质量评价

提供了技术支撑。

1 仪器与试药

1.1 仪器

Shimadzu LC-20ADXR 高效液相色谱仪(配备在线脱气机、二元泵、自动进样器、柱温箱和 FLD 荧光检测器); Milli-Q Advantage A10 超纯水仪(Millipore 公司); Sigma 高速冷冻离心机(德国 Sigma 公司); 超声波清洗器 USC-802(韩国 JAC 公司)。

1.2 试药

甲醇(安徽时联特种溶剂股份有限公司，分析纯); 乙腈(MERCK 公司，色谱纯); 纯净水(杭州娃哈哈桶装纯净水); 磷酸(国药集团化学试剂有限公司); 东莨菪内酯对照品(中国食品药品检定研究院，批号: 110768-200504，纯度≥98%); 12 批枸杞子收集于不同产地，经浙江省食品药品检验研究院郭增喜主任中药师鉴定为茄科植物宁夏枸杞 *Lycium barbarum* L. 的干燥成熟果实; 8 批五子衍宗丸样品为市场抽样。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为 Agilent Extend-C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-0.1%磷酸(18:82); 流速为 1.0 mL·min⁻¹; 柱温 30 °C; 荧光检测器激发波长 343 nm，发射波长 458 nm。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取经五氧化二磷干燥 12 h 后的东莨菪内酯对照品适量，加甲醇制成每 1 mL 含约 0.42 μg 的溶液，即得。

2.3 供试品溶液的制备

枸杞子药材：取本品剪碎，取约 2 g，精密称定，置 100 mL 具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25 mL，称定重量，超声处理(功率 400 W，频率 50 kHz)30 min，放冷，称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

五子衍宗丸：取本品粉末(过二号筛)2 g，精密称定，置 100 mL 具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 20 mL，称定重量，超声处理(功率 400 W，频率 50 kHz)45 min，取出，放冷，用 70% 甲醇补足

减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.4 阴性对照溶液的制备

取五子衍宗丸处方中除去枸杞子的其他药，按制备工艺制得阴性样品，按“2.3”项下五子衍宗丸方法制得阴性对照溶液。

2.5 专属性试验

分别精密吸取上述对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 1 μL ，注入液相色谱仪，进行测定。结果供试品色谱中，出现与对照品色谱保留时间相同的色谱峰，阴性样品则未检出相应色谱峰，表明星性样品对于东莨菪内酯的测定无干扰，结果见图 1。

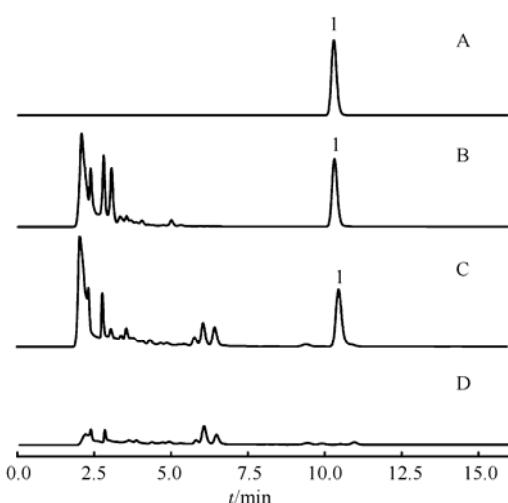


图 1 对照品、供试品和阴性对照品的 HPLC-FLD 色谱图
A-对照品溶液；B-枸杞子药材样品；C-五子衍宗丸样品；D-五子衍宗丸阴性对照；1-东莨菪内酯。

Fig. 1 HPLC-FLD chromatograms of reference substance, samples and negative control

A-reference substance; B-sample of Lycii Fructus; C-sample of Wuzi Yanzong pill; D-negative control of Wuzi Yanzong pill; 1-scopoletin.

2.6 线性关系考察

采用外标法，取东莨菪内酯对照品溶液 41.63, 104.1, 208.2, 416.3, 1 041, 1 388, 2 082 $\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，分别进样 1 μL ，记录峰面积，以进样量(μg)为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，得回归方程： $Y=44 095X-44 660$, $r=1$ ，表明东莨菪内酯在 41.63~2 082 μg 内线性关系良好。

2.7 仪器精密度试验

取同一份供试品溶液，按“2.1”项下色谱条件，重复进样 6 次，测定峰面积，结果枸杞子、五子衍宗丸供试品溶液峰面积 RSD 分别为 1.0% 和 1.9%。

2.8 重复性试验

取同一批样品，按“2.3”项下方法制备 6 份

供试品溶液并测定，结果枸杞子药材中东莨菪内酯平均含量为 $9.14 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ，RSD 为 1.1%；五子衍宗丸中东莨菪内酯平均含量为 $6.67 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ，RSD 为 2.4%。

2.9 稳定性试验

取同一份供试品溶液，室温放置，分别于 0, 2, 4, 8, 12, 16, 24 h 后进样分析，记录东莨菪内酯的峰面积，枸杞子药材中东莨菪内酯的峰面积 RSD 为 0.9%，五子衍宗丸的 RSD 为 2.5%，表明供试品溶液在室温下放置 24 h 基本稳定。

2.10 回收率试验

取同批次样品 9 份，精密称定，置 100 mL 具塞锥形瓶中，按照 3 种不同水平(各 3 份)精密加入东莨菪内酯对照品溶液，按“2.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.1”项下色谱条件分析，计算得枸杞子中东莨菪内酯的回收率在 96.5%~103.5% 之间，平均回收率为 101.1%，RSD 为 2.2%(n=9)。五子衍宗丸中东莨菪内酯的回收率在 100.3%~103.8% 之间，平均回收率为 102.6%，RSD 为 1.1%(n=9)，结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果

Tab. 1 Results of recovery test

名 称	样 量/ 称 g	原 有 量/ μg	加 入 量/ μg	测 得 量/ μg	回 收 率/ %	平 均 回 收 率/%	RSD/ %
枸	1.002 5	9.160 6	4.1632	13.434	102.6		
杞	1.013 5	9.261 1	4.1632	13.512	102.1		
子	1.017 8	9.300 4	4.1632	13.603	103.3		
1.005 3	9.186 2	10.408	19.602	100.1			
1.005 9	9.191 7	10.408	19.235	96.5	101.1	2.2	
1.004 7	9.180 7	10.408	19.572	99.8			
1.012 3	9.250 1	13.010	22.469	101.6			
1.017 9	9.301 3	13.010	22.761	103.5			
1.012 0	9.247 4	13.010	22.277	100.2			
1.012 2	6.740 9	3.469 3	10.263	101.5			
1.007 8	6.711 6	3.469 3	10.271	102.6			
五	1.005 1	6.693 6	3.469 3	10.173	100.3		
子	1.005 5	6.696 3	6.938 7	13.848	103.1		
1.010 9	6.732 3	6.938 7	13.850	102.6	102.6	1.1	
衍	1.011 6	6.736 9	6.938 7	13.858	102.6		
宗	1.019 2	6.787 5	10.408	17.496	102.9		
丸	1.006 1	6.700 3	10.408	17.493	103.7		
1.011 0	6.732 9	10.408	17.532	103.8			

2.11 样品测定

采用建立的方法对 12 批枸杞子和 8 批五子衍宗丸样品进行了测定，结果见表 2 和表 3。

表2 枸杞子药材中东莨菪内酯含量(以干燥品计)
Tab. 2 Content of scopoletin in Lycii Fructus(as the dried drug)

批号	样品来源	含量/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$
2012001	宁夏宁安堡	21.59
2012002	宁夏红梧山	12.12
2012003	宁夏宁安堡	19.14
2012004	宁夏杞兴骏叶	18.71
2013001	青海	10.48
2013002	宁夏	15.43
2013003	新疆	7.70
2013004	甘肃	9.31
2013005	宁夏	17.70
2013006	青海	7.55
2013007	河北	8.38
2013008	新疆	9.14

表3 五子衍宗丸中东莨菪内酯含量

Tab. 3 Content of scopoletin in Wuzi Yanzong pill

批号	规格	生产厂家	含量/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$
1200505	水蜜丸	杭州胡庆余堂	9.15
111101	水蜜丸	药都制药	7.87
13010001	水蜜丸	太极集团	7.91
110901	小蜜丸	江苏七〇七	9.60
20101101	水蜜丸	洛阳顺势药业	11.90
2035337	水蜜丸	北京同仁堂	6.67
120705	水蜜丸	福州海王金象	9.04
121102	水蜜丸	通化制药集团	9.67

3 讨论

荧光光谱图显示, 东莨菪内酯的最大激发波长为 343 nm, 最大发射波长为 458 nm, 故以此为检测波长。

本研究比较了 HPLC-UV 和 HPLC-FLD 2 种方法在检测东莨菪内酯时的灵敏度, 使用 HPLC-UV 检测, $0.42 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的东莨菪内酯对照品溶液信噪比为 13.55; 当使用 HPLC-FLD 时, 相同浓度和分析条件下, 东莨菪内酯的信噪比为 32 205.39, 其灵敏度是紫外检测器的 2 376 倍, 且 HPLC-FLD 干扰小。因此, HPLC-FLD 更适用于检测枸杞子和五子衍宗丸中东莨菪内酯的含量。

本研究考察了不同提取溶剂(甲醇、乙醇和 70% 甲醇)、不同提取方法(超声、回流)、不同提取时间(30, 45, 60 min)、不同提取溶剂量(20, 25, 50 mL)对含量的影响, 结果枸杞子药材最佳提取方法为甲醇 25 mL 超声 30 min, 而五子衍宗丸为 70% 甲醇 20 mL 超声 45 min。最佳提取方法不同可能是由于五子衍宗丸含有大量的炼蜜, 使用 70% 甲醇渗透性更好所致。

在耐用性试验中, 比较流动相中不同酸浓

度(0.05%, 0.1% 和 0.2%)、柱温(25, 30, 35 °C)、色谱柱(Agilent Extend-C₁₈、Kromasil C₁₈ 和 Welch XB C₁₈)、色谱仪(Agilent 和 Shimadzu)对含量的影响, 结果显示实验条件对色谱峰的分离和东莨菪内酯的含量几乎不影响, 表明本方法耐用性良好。

本实验含量测定结果显示, 宁夏产的枸杞子东莨菪内酯含量较高, 其他产地(如新疆、青海等)产的枸杞子东莨菪内酯含量较低, 绝大部分 $<10 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$, 因此本方法有助于评价枸杞子的道地性, 初步区分样品的来源。另外, 枸杞子药材及五子衍宗丸中君药枸杞子缺乏有效的指标性成分及检测方法用于质量控制, 东莨菪内酯在枸杞子的薄层鉴别中斑点明显且具有特征性, 选用 HPLC-FLD 不仅灵敏度高、重复性好, 且干扰小, 因此本方法的建立将有助于枸杞子药材和五子衍宗丸的质量控制和评价。

REFERENCES

- [1] WANG N, ZHANG S C, CHEN X H, et al. Effect of "Wuzi Yanzong pill" on gene expression of immunologic enhancement during recovery of testicular sperm production in mouse [J]. Acta Univ Tradit Med Sin Pharmcol Shanghai(上海中医药大学学报), 2013, 27(4): 63-67.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2010: 532.
- [3] 郭怡飚, 胡晓炜, 倪美文. RP-HPLC 法测定五子衍宗丸中五味子甲素、五味子乙素含量[J]. 中草药, 2002, 33(4): 317-318.
- [4] JIANG P, WEN Y S, WU Y H, et al. Determination the content of γ -schizandrin in Wuzi Yanzong pills by HPLC [J]. China Pharm(中国药师), 2006, 9(1): 9-10.
- [5] LI M F, LI H, WANG X M, et al. Determination of hyperoside in the Wuzi Yanzong pill by HPLC [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2008, 14(2): 1-3.
- [6] LIU W, ZHOU J L, CHEN B L, et al. Simultaneous determination of five ingredients in Wuzi Yanzong pill by HPLC [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2014, 20(3): 74-78.
- [7] EFFERTH T, HERRMANN F, TAHIRANI A, et al. Cytotoxic activity of secondary metabolites derived from *Artemisia annua* L. towards cancer cells in comparison to its designated active constituent artemisinin [J]. Phytomedicine, 2011, 18(11): 959-969.
- [8] YANG J Y, KOO J H, YOON H Y, et al. Effect of scopoletin on lipoprotein lipase activity in 3T3-L1 adipocytes [J]. Int J Mol Med, 2007, 20(4): 527-531.
- [9] MISHRA N, ORAON A, DEV A, et al. Anticonvulsant activity of *Benkara malabarica* (Linn.) root extract: *In vitro* and *in vivo* investigation [J]. J Ethnopharmacol, 2010, 128(2): 533-536.
- [10] YAO X, DING Z, XIA Y, et al. Inhibition of monosodium urate crystal-induced inflammation by scopoletin and underlying mechanisms [J]. Int Immunopharmacol, 2012, 14(4): 454-462.
- [11] EZZAT S M, ABDALLAH H M, FAWZY G A, et al.

- Hepatoprotective constituents of *Torilis radiata* Moench (Apiaceae) [J]. Nat Prod Res, 2012, 26(3): 282-285.
- [12] ROLLINGER J M, HORNICK A, LANGER T, et al. Acetylcholinesterase inhibitory activities of scopoltin and scopoletin discovered by virtual screening of natural products [J]. J Med Chem, 2004, 47(25): 6248-6254.
- [13] YI Z B, ZENG B, LAI X P. Determination of scopoletin in *Lycium barbarum* L. by HPLC [J]. Asia-Pacific Tradit Med(亚太传统医药), 2010, 6(4): 13-15.
- [14] XU F, WANG X Z, ZHANG L, et al. Determination of scopoletin and scopolin in *Lycium barbarum* by HPLC [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2012, 18(13): 67-70.

收稿日期: 2014-07-02

HPLC 同时测定玉叶金花清热片中 3 种有效成分的含量

唐德智(广西南宁食品药品检验所, 南宁 530001)

摘要: 目的 建立同时测定玉叶金花清热片中栀子苷、穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯含量的 HPLC。方法 采用 Agilent ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-0.2%磷酸水溶液, 梯度洗脱, 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长: 238 nm(0~10 min, 栀子苷), 225 nm(10~22 min, 穿心莲内酯), 254 nm (22~35 min)。结果 栀子苷在 0.166~2.981 μg 内线性关系良好($r=0.999\ 9$), 平均回收率为 99.4%(RSD=1.2%); 穿心莲内酯在 0.146~2.621 μg 内线性关系良好($r=0.999\ 9$), 平均回收率为 99.2%(RSD=1.3%); 脱水穿心莲内酯在 0.222~3.992 μg 内性关系良好($r=0.999\ 7$), 平均回收率为 100.1%(RSD=1.4%)。结论 该方法简便、快捷、准确, 可用于该制剂的质量控制。

关键词: 玉叶金花清热片; 栀子苷; 穿心莲内酯; 脱水穿心莲内酯; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.101 **文献标志码:** B **文章编号:** 1007-7693(2015)04-0486-04

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2015.04.025

Determination of Three Effective Components in Yuyejhua Qingre Tablets by HPLC

TANG Dezhi(Guangxi Nanning Institute for Food and Drug Control, Nanning 530001, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To simultaneously determine geniposide, andrographolide and dehydroandrographolide in Yuyejhua Qingre tablets by HPLC. **METHODS** Agilent ZORBAX SB-C₁₈(4.6 mm×150 mm, 5 μm) column was used. The mobile phase was methanol-water containing 0.2% phosphoric acid with gradient elution mode at the flow rate of 1.0 mL·min⁻¹; the detection wavelength was 238 nm(0~10 min) for geniposide, 225 nm(10~22 min) for andrographolide and 254 nm(22~35 min) for dehydroandrographolide. **RESULTS** Geniposide had a good linearity in the range of 0.166~2.981 μg, the average recovery was 99.4% with RSD of 1.2%. Andrographolide had a good linearity in the range of 0.146~2.621 μg, the average recovery was 99.2% with RSD of 1.3%. Dehydroandrographolide had a good linearity in the range of 0.222~3.992 μg, the average recovery was 100.1% with RSD of 1.4%. **CONCLUSION** The method is simple, accurate and reproducible, and can be used for quality control of Yuyejhua Qingre tablets.

KEY WORDS: Yuyejhua Qingre tablets; geniposide; andrographolide; dehydroandrographolide; HPLC

玉叶金花清热片是由玉叶金花、穿心莲、栀子、倒扣草、玄参、人工牛黄等 6 味中药制成的中药制剂, 具有清热解毒, 利咽消肿的功效, 用于急性咽喉炎属风热症者, 症见咽痛, 咽干灼热, 咽黏膜、悬雍垂红肿, 咽后壁淋巴滤泡等。制剂中的主要活性成分栀子苷、穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的含量测定已有文献报道^[1], 但对 3 种活性成分同时进行测定尚无文献报道。本试验采用

高效液相色谱波长切换法, 达到同时测定玉叶金花清热中栀子苷、穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯 3 种活性成分的目的。该方法灵敏度高, 专属性强, 操作简便, 可用于该制剂的质量标准。

1 仪器与试药

1.1 仪器

Waters 2695 高效液相色谱仪, 2489UV 检测器(美国 Waters 公司); UV-2550 型紫外可见分光光