

- [8] 阎秀峰,王洋,郭盛磊,等. 遮阴和红膜处理对高山红景天根生物量及红景天苷含量季节变化的影响. 应用生态学报, 2004, 15(3): 382.
- [9] 于国华, 蔺辉民, 罗文熹. 不同光强度对西洋参光合特性、营

- 养成分和产量的影响. 应用生态学报, 1994, 5(1): 57.
- [10] 王燕, 戈峰, 李镇宇. 马尾松诱导化学物质变化的时空动态. 生态学报, 2001, 21(8): 1256.

[责任编辑 张宁宁]

不同地区蒲公英中咖啡酸的含量测定

张才煜^{1*}, 孙权², 刘敬阁¹

(1. 北京华夏医胜创新科技有限责任公司, 北京 100052; 2. 北京城市学院, 北京 100094)

《中国药典》2005年版收载蒲公英为菊科植物蒲公英 *Taraxacum mongolicum* Hand. Mazz.、碱地蒲公英 *T. sinicum* Kitag. 或同属数种植物的干燥全草^[1]。有关蒲公英中咖啡酸的定量分析方法,文献中多采用缓冲盐系统作为流动相,而且柱温较高^[2,3],对色谱柱损害较大,分析时间较长。为克服这些缺点,本研究采用乙腈-0.2%磷酸系统为流动相、常温梯度洗脱,建立了快速、稳定的 HPLC 定量分析蒲公英中咖啡酸含量的方法。同时,对北京、河南、甘肃、沈阳、湖北等地的蒲公英药材中的咖啡酸进行了定量分析。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱系统: G1322A 脱气器, G1311A 四元梯度泵, G1313A 自动进样系统, G1316A 柱温箱, G1314A 紫外检测器, HP Chem Station 色谱数据工作站; METTLER AE240 1/1 万天平 [梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司产品]; 对照品咖啡酸购于中国药品生物制品检定所(批号 110885-200102, 纯度 98%), 乙腈为色谱醇(美国 Fisher 试剂公司), 水为纯净水, 磷酸为分析纯。实验样品购于北京、沈阳各大药房, 以及河南洛阳、甘肃陇西、湖北襄樊等地。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Agilent Extent C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 乙腈(A)-0.2%磷酸(B)为流动相, 梯度洗脱: 0~13 min(12 88); 15~18 min(25 75), 19~35 min(12 88)。流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长

323 nm, 柱温 25 °C。对照品和样品色谱图见图 1。

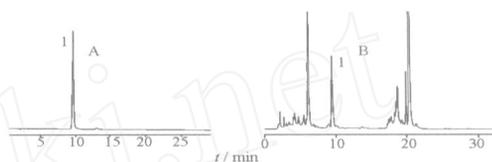


图1 对照品及蒲公英样品 HPLC 图

A. 对照品; B. 河南洛阳产的蒲公英; 1. 咖啡酸

2.2 线性关系考察 取对照品咖啡酸 6.67 mg, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得咖啡酸 0.133 4 g·L⁻¹ 的储备溶液。分别精密吸取对照品储备溶液 1, 2, 3, 4, 5, 6 mL, 于 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 依次进样, 以不同含量对照品峰面积积分值(Y)对咖啡酸的进样量(X)进行回归, 得回归方程 $Y = 5\ 698.65X + 5.05$ ($r = 0.999\ 9$), 线性范围 0.067~0.400 μg。

2.3 供试品溶液制备 取蒲公英药材粗粉约 1 g, 精密称定, 置 50 mL 具塞锥形瓶中, 精密加入 5% 甲酸的甲醇溶液 10 mL, 密塞, 摇匀, 称定重量, 超声处理 30 min。取出, 放冷, 再称定重量, 用 5% 甲酸的甲醇溶液补足减失的重量, 摇匀, 离心, 取上清液, 用微孔滤膜 0.45 μm 滤过, 滤液置棕色量瓶中, 即得供试品溶液。

2.4 精密度试验 同一对照品溶液, 重复进样 5 次, 测定咖啡酸峰面积, RSD 0.43%。

2.5 重复性试验 取同一批药材粉末, 5 份, 按 2.3 项下方法制备供试品溶液, 测定咖啡酸的含量, RSD 1.7%。

2.6 稳定性试验 取同一供试品溶液, 分别在 0, 1, 2, 4, 8, 24 h 分别测定咖啡酸的含量, RSD 0.84%。

[收稿日期] 2005-05-10

[通讯作者] *张才煜, E-mail: colorfish321@126.com

样品在 24 h 内稳定。

2.7 回收率试验 精密称取已知含量的蒲公英药材粉末 0.5 g, 5 份, 分别加入对照品溶液 (0.133 4 g · L⁻¹) 2 mL, 按 2.3 项下方法制备, 测定含量并计算, 结果咖啡酸的平均回收率为 98.4%, RSD 2.0%。结果见表 1。

表 1 咖啡酸加样回收率

称样量	样品中	测得量	回收率	平均值	RSD
/g	含量/mg	/mg	/%	/%	/%
0.501 0	0.226 7	0.489 5	98.5		
0.495 9	0.224 4	0.483 8	97.2		
0.508 2	0.230 0	0.485 9	95.9	98.4	2.0
0.511 1	0.231 3	0.496 8	99.5		
0.500 1	0.226 3	0.495 9	101.0		

注:对照品加入量均为 0.266 8 mg

2.8 样品的含量测定 依 2.3 项方法制备各样品的供试液, 按 2.1 项色谱条件测定, 记录峰面积, 按外标法计算含量, 结果见表 2。

3 讨论

3.1 文献多采用甲醇-磷酸盐缓冲溶液 (pH 4.2) 系统^[5, 6]、柱温 40 的 HPLC 条件对蒲公英中咖啡酸进行定量分析。在这些条件下, 缓冲盐系统及较高的柱温对色谱柱损害较大, 且咖啡酸的保留时间较长、峰型较宽、柱效较低。为此, 改用乙腈-0.2% 的磷酸水溶液作为洗脱系统, 并降低柱温至常温, 结果咖啡酸保留时间缩短、峰形较好、柱效较高。但实验中发现在保留时间 58 min 还有 1 个色谱峰, 故改用

表 2 不同地区蒲公英中咖啡酸的含量

采购地或产地	含量/mg · g ⁻¹
北京同仁堂药店	0.460
北京金象大药房	0.467
北京德寿堂药店	0.317
北京京隆堂大药店	0.147
北京修合药店	0.456
沈阳成大方圆药房	0.217
北京崇光饮片厂	0.303
河南洛阳	0.495
湖北襄樊	0.228
甘肃陇西	0.203

梯度洗脱, 结果色谱峰在 35 min 内全部出完, 且此时柱压已经稳定, 可重复进行下一次分析。

3.2 采用作者确定的 HPLC 色谱条件, 对不同地区的商品及不同产地的蒲公英药材进行了咖啡酸的含量测定。结果表明大部分蒲公英药材都符合 2005 年版《中国药典》中关于蒲公英中咖啡酸的含量不得少于 0.020% 的规定^[1]。并且可以看出各药店以及各地的蒲公英药材中咖啡酸的含量相差较大。

[参考文献]

- [1] 中国药典. 一部. 2005. 289.
- [2] 张爱华, 王纯明, 伏太招, 等. HPLC 法测定蒲公英及保肝奶蓟草胶囊中咖啡酸的含量. 南京中医药大学学报, 2002, 18 (5): 298.
- [3] 张旭东, 张淑惠, 张西茹, 等. 反向高效液相色谱法测定抗菌 2 号注射液中咖啡酸的含量. 中国现代应用药学杂志, 2003, 20(6): 511.

[责任编辑 张宁宁]

制药工业近红外分析检测技术应用研讨会通知

为了配合《中华人民共和国药典》2005 年版附录“近红外分光光度法指导原则”, 加快近红外光谱分析技术在医药行业的应用, 提高制药企业的产品质量, 降低生产成本, 促进制药工业的发展, 提高制药工程技术含量, 增强制药工业整体实力, 推动制药工程技术产学研结合和成果转让, 浙江省药学会特举办“制药工业近红外分析检测技术应用研讨会”, 诚邀相关制药企业、科研技术人员投稿并参加会议。

一、会议研讨主要内容: 现代近红外光谱分析技术基础及应用; 近红外技术原理及在制药企业各个环节的应用案例; 近红外技术在中药质量评价及生产过程质量监测中的应用; 近红外在国际著名制药企业的应用及案例分析。

二、会议时间地点: 2006 年 6 月 16 - 18 日, 浙江省杭州市 (具体地点待定)。

三、参会人员可获 6 个继续教育学分。

四、联系人及联系电话: 谢志鹏 (浙江大学药学院) 0571 - 88273680; 孙国君 (浙江工业大学药学院) 0571 - 88320320。

五、通讯地址: 杭州市浙大路 38 号。

六、电子邮件: xzp @zju. edu. cn。

七、主办单位: 浙江省药学会。

八、承办单位: 浙江大学药学院、浙江工业大学药学院。