

进样 10 μ l,测定金丝桃苷的含量。其含量的 $RSD = 2.84\%$ ($n=6$),表明方法的重复性较好。

1.2.7 加样回收试验 取 5份同一供试品溶液,分别加入已知量的金丝桃苷对照品,混匀后,按“1.2.8 项的方法测定含量。计算得平均回收率为 95.01%, $RSD = 2.94\%$ ($n=5$)。

1.2.8 样品的测定 取 3批样品,按“1.2.2 项的方法制备供试品溶液,进样 10 μ l(3次平行),测定峰面积。由线性方程计算得金丝桃苷的含量分别为 0.001%、0.003%和 0.006%,对照品及供试品色谱图见图 1。

2 讨论

文中方法具有稳定、快速、重复性好,无杂质干扰等特点,适合于金荞麦中 金丝桃苷的含量测定。由含量测定结果可知,金荞麦中 金丝桃苷的含量较低,为相关制剂的开发研究提供了一定的实验依据。在样品的制备过程中,曾采用乙醇回流提取,结果不理想,故选用甲醇超声提取。

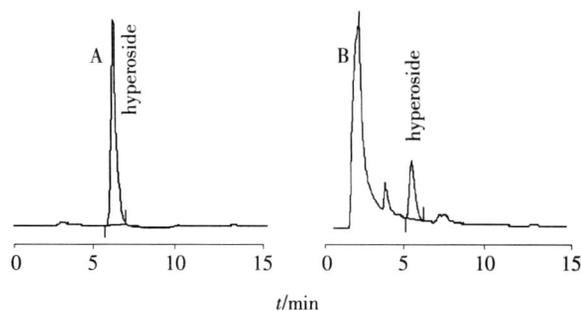


图 1 金丝桃苷对照品 (A)与样品 (B)溶液的色谱图

Fig 1 Chromatograms of hyperoside solution (A) and sample solution (B)

参考文献:

- [1] 邵萌,杨跃辉,高慧媛,等.金荞麦的化学成分研究[J].沈阳药科大学学报,2005,22(5):100.
- [2] 肖培根.新编中药志[M].北京:化学工业出版社,2002:607.
- [3] 郑一敏,胥秀英,杨艳红,等.HPLC测定菟丝子中 金丝桃苷与槲皮苷的含量[J].华西药学期刊,2005,20(3):261.

收稿日期:2007-10

HPLC测定小青龙口服液中的苦杏仁苷

税丕先,孙 琴,庄元春,何 兵

(泸州医学院药学院,四川 泸州 646000)

摘要: 目的 建立测定小青龙口服液中苦杏仁苷的方法。方法 采用 HPLC法,流动相为水-甲醇-乙腈(75:20:5),检测波长为 210 nm。结果 小青龙口服液中苦杏仁苷的平均回收率为 99.02%, $RSD = 1.37\%$,含量为 1.3575 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。结论 所建方法操作简便、准确,可作为小青龙口服液中苦杏仁苷的含量控制方法。

关键词: 小青龙口服液;高效液相色谱法;苦杏仁苷

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0103(2008)06-0725-02

Content determination of amygdalin in Xiaoqinglong oral solution by HPLC

SHU I Pi-xian, SUN Q in, ZHUANG Yuan-chun, HE B ing

(Department of Pharmacy, Luzhou Medical College, Luzhou 646000, China)

Abstract: **OBJECTIVE** To determine the amygdalin in Xiaoqinglong oral solution **METHODS** HPLC was adopted and the mobile phase was water-methanol-acetonitrile (70:25:5). The detection wavelength was 210 nm. **RESULTS** The average recovery of amygdalin in Xiaoqinglong oral solution was 99.02% with RSD of 1.37% and the content was 1.3575 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$. **CONCLUSION** Besides simplicity, the method yields accurate and reproducible results, which can therefore be used in the quality control of amygdalin content in Xiaoqinglong oral solution

Key words: Xiaoqinglong oral solution; HPLC; Amygdalin

CLC number: R917

Document code: A

Article ID: 1006-0103(2008)06-0725-02

小青龙口服液由麻黄、桂枝、细辛、苦杏仁、五味子等九味中药制成,载于卫生部药品标准成方制剂第二十册;具有解表化痰、止咳平喘的作用,用于

治疗外感风寒、内停水饮、发热无汗、喘咳痰等。标准中仅对麻黄进行了薄层色谱鉴别,无含量测定。苦杏仁是方中主药。苦杏仁苷是苦杏仁中的主要有

效止咳平喘的成分,在无酶的条件下,只能在胃酸的作用下缓慢分解,产生微量的氢氰酸而奏止咳平喘之效,且无不良反应^[1]。作者参考有关文献^[2,3],采用 HPLC 测定了苦杏仁苷的含量。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

戴安高效液相色谱仪系统(美国戴安)。苦杏仁苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号:820-200002);小青龙口服液(四川新一康医药有限责任公司,每支 10 ml,批号:071002、071008、071012);缺苦杏仁的阴性对照品(自制);甲醇为色谱纯;其余试剂为分析纯;水为重蒸馏水。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 色谱柱为 Dikma Kromasil C₁₈(250 mm × 4.6 mm, 5 μm)。流动相为水-甲醇-乙腈(75:20:5);检测波长为 210 nm;流速为 0.8 ml·min⁻¹;柱温 30℃,进样量 10 μl。在上述色谱条件下,苦杏仁苷对照品的保留时间为 25.16 min。理论板数按苦杏仁苷峰计不低于 3.5 × 10³(图 1)。

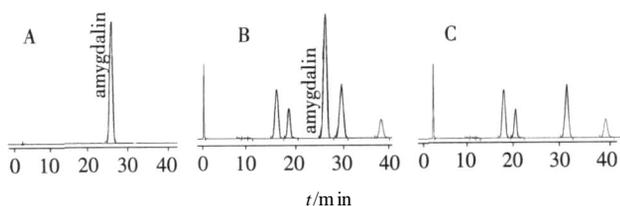


图 1 对照品(A)、样品(B)和阴性对照品(C)溶液的色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms of control solution(A), sample solution (B) and negative solution (C)

1.2.2 溶液的制备 精密称定 20.23 mg 苦杏仁苷对照品,置 100 ml 量瓶中,用甲醇定容,得 0.2023 mg·ml⁻¹的对照品贮备液。精密量取 1.0 ml 小青龙口服液,置 100 ml 量瓶中,加甲醇定容,即得供试品溶液。按供试品溶液的制备方法制得不含苦杏仁的阴性对照品溶液。

1.2.3 标准曲线和线性范围 精密吸取 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、10.0 ml 苦杏仁苷贮备液,分别置 50 ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度。按“1.2.1 项的色谱条件,取 10 μl 进样,测定。以进样量对峰面积积分值进行线性回归,线性方程为: $Y = 497.27X + 47.56$ ($r = 0.9997$)。结果表明,苦杏仁苷 20.23 ~ 101.15 μg·ml⁻¹与峰面积的线性关系良好。

1.2.4 精密度的考察 取苦杏仁苷对照品溶液,按“1.2.1 项的色谱条件连续进样 5 次,测得峰面积的 $RSD = 1.34\%$ ($n = 5$)。结果表明,文中方法的精密度良好。

1.2.5 稳定性的考察 精密量取 10 μl “1.2.2 项

的苦杏仁苷供试品溶液,于 0、5、10、20、25 h 时分别进样。峰面积的 $RSD = 1.47\%$ ($n = 5$),表明样品溶液在 25 h 内稳定。

1.2.6 重复性的考察 取同一批号的样品 5 份,按“1.2.2 项的方法制成供试品溶液,分别进样测定峰面积,其 $RSD = 1.65\%$ 。

1.2.7 加样回收试验 分别取 1.0 ml 已测定含量(苦杏仁苷含量为 1.3456 mg·g⁻¹)的同一批小青龙口服液样品,共 6 份,分别准确加入苦杏仁苷对照品贮备液适量,在“1.2.1 项的色谱条件下进样,并计算回收率(表 1)。

表 1 加样回收率试验(mg)

Table 1 Recovery test of total ferulic acid(mg)					
Original/mg	Added/mg	Detected/mg	Recovery/%	$\bar{X}/\%$	$RSD/\%$
1.3456	0.6069	1.9498	99.56	99.02	1.37
1.3456	0.6069	1.9382	97.65		
1.3456	0.8092	2.1616	100.84		
1.3456	0.8092	2.1544	99.95		
1.3456	1.0115	2.3311	97.43		
1.3456	1.0115	2.3437	98.68		

1.2.8 样品的含量测定 在“1.2.1 项的色谱条件下,吸取“1.2.2 项的制备的供试品溶液进样,测定含量。得到 3 批小青龙口服液中苦杏仁苷的含量分别为 1.3456、1.3055、1.4214 mg·ml⁻¹ ($n = 3$),平均为 1.3575 mg·ml⁻¹。

2 讨论

苦杏仁苷在苦杏仁酶的作用下会水解破坏,原药材苦杏仁中苦杏仁苷的含量与苦杏仁酶密切相关。传统方法是以加热除去苦杏仁酶来保证苦杏仁的质量。不同炮制方法制得的苦杏仁所生产的小青龙口服液中,苦杏仁苷的含量差异较大。因此,曾用水-甲醇作为流动相,苦杏仁苷的峰拖尾;增大甲醇比例并加入适量乙腈后,图谱得到明显改善,与其他峰的分离良好。

2005 年版《中国药典》采用硝酸银滴定法测定苦杏仁苷的含量,操作烦琐、灵敏度低,测定结果偏差大。文中方法操作简便、灵敏,可作为小青龙口服液的质量控制方法。

参考文献:

- [1] 张宏安,朱素芳,上东友. 中药苦杏仁的炮制研究[J]. 现代中药,2004,(2):68.
- [2] 杨玲玲,常军民,姚军. HPLC 测定天山花楸中的苦杏仁苷[J]. 华西药学期刊,2007,22(5):589-590.
- [3] 税丕先,孙琴,庄元春,等. HPLC 测定止咳喘定喘片中苦杏仁苷的含量[J]. 中成药,2007,29(12):1870.

收稿日期:2008-01