

一测多评法测定槐花中3种黄酮类成分的含量

黄和军¹, 崔小兵², 杨军辉¹

作者单位:¹南京中医药大学江阴附属医院药剂科, 江苏 江阴 214400;

²南京中医药大学药学院, 江苏 南京 210029

通信作者: 崔小兵, 男, 副教授, 研究方向为中药炮制及新药质量标准研究, E-mail: xiaobingcui@163.com

基金项目: 国家科技重大专项(2009ZX09308-004)

摘要:目的 建立一测多评法(QAMS)用于测定槐花中芦丁, 山柰酚-3-O-芸香糖苷及槲皮素3种黄酮类成分的含量。方法 以芦丁作为内标物, 计算芦丁与槲皮素和山柰酚-3-O-芸香糖苷的相对校正因子, 分别采用QAMS和外标法测定40批槐花药材中芦丁, 山柰酚-3-O-芸香糖苷和槲皮素的含量, 比较两种测定方法之间的差异。结果 QAMS与外标法所测得的槐花中芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷和槲皮素的含量分别为 $(9.98 \pm 1.39)\%$ 、 $(10.08 \pm 1.38)\%$, 差异无统计学意义($t = 0.324, P = 0.747$)。结论 QAMS准确可行, 可用于槐花中3种黄酮类成分测定。

关键词: 槐花; 色谱法, 高效液相; 芦丁; 山柰酚-3-O-芸香糖苷; 槲皮素; 一测多评(QAMS)

Determination of three flavonoids ingredients of *Sophorae Flos* by QAMS method

HUANG Hejun¹, CUI Xiaobing², YANG Junhui¹

Author Affiliations: ¹Department of Pharmacy, Jiangyin Hospital Affiliated to Nanjing University of Chinese Medicine, Jiangyin, Jiangsu 214400, China; ²School of Pharmacy, Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing, Jiangsu 210029, China

Abstract: Objective To establish a quantitative analysis of multi-components by single marker (QAMS) for the determination of three flavonoids ingredients in *Sophorae Flos*, i.e. rutin, kaempferol-3-O-rutinoside, quercetin. **Methods** Rutin was used as the reference substance, the relative correction factors of kaempferol-3-O-rutinoside and quercetin were established, the contents of rutin, kaempferol-3-O-rutinoside and quercetin in 40 batches of *Sophorae Flos* were determined by QAMS and external standard method respectively, and the differences between the two methods were compared. **Results** The contents of rutin, aempferol-3-O-rutinoside and quercetin in *Sophorae Flos* measured by QAMS and external standard method were $(9.98 \pm 1.39)\%$ and $(10.08 \pm 1.38)\%$, respectively, with no statistical significance ($t = 0.324, P = 0.747$). **Conclusion** It is feasible and accurate to determine the contents of three flavonoids components in *Sophorae Flos* by QAMS method.

Key words: *Sophorae Flos*; Chromatography, high performance liquid chromatography; Rutin; Kaempferol-3-O-rutinoside; Quercetin; Quantitative analysis of multi-components by single-marker(QAMS)

中药槐花为豆科植物槐 *Sophora japonica* L. 的花蕾及干燥花, 花蕾称为“槐米”, 干燥花称为“槐花”。槐花主要功效为凉血止血, 清肝泻火^[1], 属于药食两用的中药^[2-3]。槐花含有黄酮、皂苷、多糖等化学成分, 另外还含有少量鞣质, 其中黄酮类化合物占比较大^[4]。芦丁是其主要黄酮类活性成分, 其在酶或酸的作用下会水解成槲皮素^[5]。现代药理研究表明槐花具有降血糖^[6-8]、抗菌^[9]、抗氧化^[10]、止血^[11-12]、增强免疫力^[13-14]、清热凉血^[15]、保护肠胃^[16]等多种作用。

2015版药典中仅有槐花中芦丁的高效液相含

量测定, 并未见同时对槐花中多个成分含量测定的研究报告。本课题组前期已对槐花提取物发表过相关文章^[17], 本研究以芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素为指标成分对槐花进行质量评价。但多指标评价常导致对照品消耗量大, 因此引入一测多评法(QAMS)的质量评价模式。基于以上, 本研究于2008年10月至2015年12月以芦丁作为内标物, 分别计算芦丁与槲皮素和山柰酚-3-O-芸香糖苷的相对校正因子, 并采用QAMS和外标法测定40批槐花药材中芦丁, 山柰酚-3-O-芸香糖苷和槲皮素的含量, 比较两种测定方法之间的差异, 旨在为槐花药

材的质量控制提供新方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Waters 2695 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司); Agilent 1260 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司); Shimadzu 10A 高效液相色谱仪(日本 Shimadzu 公司); AY220 1/万电子分析天平; TGL 16G 离心机(上海安亭科学仪器厂); MUL-9000 Series 超纯水系统(美国 Millipore 公司); FW100 型万能粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司); KQ-500B 型超声波清洗器(昆山市超声波仪器有限公司); HH-S 恒温水浴锅(江苏国胜实验仪器厂)。

1.2 试剂 芦丁对照品(批号 F20060526, 国药集团化学试剂有限公司)、山柰酚-3-O-芸香糖苷对照品(批号 WJ0322KA13, 上海源叶生物科技有限公司)、槲皮素对照品(批号 YA0806YB13, 上海源叶生物科技有限公司)。40 批生槐花批号依次为江苏 131121, 河北 3050501, 安徽 140510, 安徽 20140601, 江苏 111018, 河北 140726, 山东 140323, 安徽 140601, 河南 140401, 河北 140726, 安徽 140406, 安徽 140504, 山西 140409, 国槐河北 140426, 山东 140402, 山东 140402, 山东 140625, 湖北 140524, 河北 304221, 山东 140512, 安徽 131203, 安徽 140602, 安徽 140408, 江苏 141015, 江苏 141028 江苏, 141030, 河北 304308, 河北 304310, 河北 304314, 安徽 20140518, 安徽 20140601, 山东 140412, 山东 140625, 山东 140408, 山东 140629, 安徽 131210, 安徽 140608, 安徽 140413, 湖北 140526, 湖北 140528, 河南 140403, 河南 140411。甲酸(色谱纯, 批号 607-001-00-0; 德国 Merck 公司), 甲醇(色谱纯, 批号 2014051033, 山东禹王实业有限公司化工分公司), 水为超纯水, 其余试剂均为分析纯。

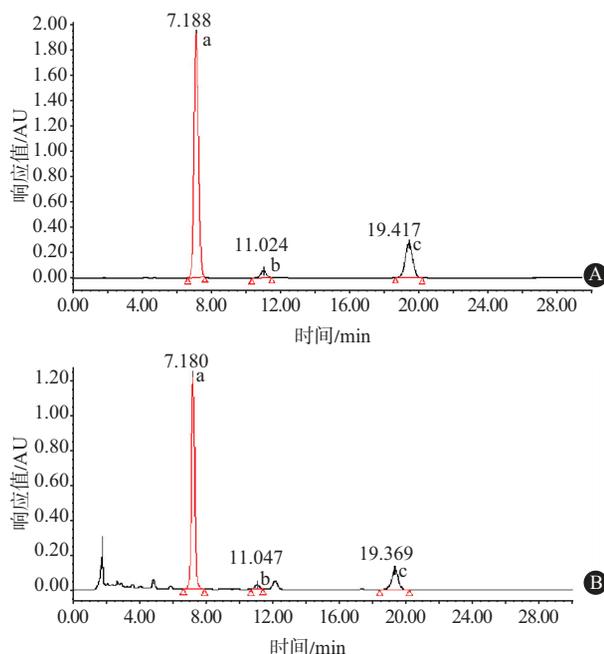
2 方法与结果

2.1 混合对照品溶液的制备 精密称取芦丁对照品粉末: 18.03 mg; 槲皮素对照品粉末: 2.13 mg; 山柰酚-3-O-芸香糖苷对照品溶液: 2.5 mL (0.21 mg/mL), 用 70% 甲醇定容于 5 mL 的容量瓶, 作为混合对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备 取槐花药材粉末 0.5 g; 精密称定, 置于 50 mL 容量瓶, 采用 70% 甲醇超声提取 30 min, 离心 10 min (14 000 r/min) 取上清液, 作为供试品溶液。

2.3 色谱条件 仪器: Waters 2695 液相色谱系统; 色谱柱: Inertsil® ODS-SP (150 mm×4.6 mm, 5 μm); 柱温: 40 °C; 流速: 1.0 mL/min; 流动相: 0.5% 甲酸(B): 甲醇(A) = 60: 40; 进样量: 10 μL; 检测波长:

254 nm。混合对照品、样品高效液相色谱图见图 1。



注: a 为芦丁, b 为山柰酚-3-O-芸香糖苷, c 为槲皮素

图1 高效液相色谱法测定3种黄酮类成分的色谱图:

A 为混合对照品, B 为样品

2.4 方法学考察

2.4.1 线性关系考察 移取“2.1”项下的混合对照品溶液 1 mL, 依次稀释 2 倍, 记作混标 2、混标 3、混标 4、混标 5, 按“2.3”项下色谱条件分别进样 10 μL, 以峰面积为 Y 轴, 浓度为 X 轴, 绘制标准曲线, 结果见表 1。

2.4.2 精密度考察 精密吸取“2.1”项下的混合对照品溶液 10 μL, 按“2.3”项下色谱条件, 连续进样 6 次, 记录峰面积, 分别计算 3 种成分峰面积的相对标准偏差(RSD)。结果 3 种成分峰面积 RSD 分别为 0.91%, 1.31%, 0.97%, 表明仪器的精密度良好。

2.4.3 重复性考察 取同一批槐花药材(安徽 131203) 0.5 g, 精密称定 6 份, 按“2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3”项下色谱条件进样, 计算得到芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素含量及 RSD, 结果见表 2。

表2 高效液相色谱法测定槐花 3 种黄酮类成分的重复性考察/(mg/g)

成分	第1次	第2次	第3次	第4次	第5次	第6次
芦丁	84.09	87.55	88.19	87.86	88.22	87.98
山柰酚-3-O-芸香糖苷	2.27	2.36	2.31	2.27	2.25	2.26
槲皮素	9.23	9.34	9.11	9.45	9.19	9.52

结果表明: 芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素的 RSD 分别为 1.83%、1.84%、1.69%, 表明该方法的重复性良好。

2.4.4 稳定性考察 称取槐花(安徽 131203)0.5 g, 精密称定, 按“2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3”项下色谱条件, 分别于0, 2, 4, 6, 8, 10, 12 h 进样, 计算芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素含量及 RSD, 结果见表3。

表3 高效液相色谱法测定槐花3种黄酮类成分的稳定性考察/(mg/g)

成分	0 h	2 h	4 h	6 h	8 h	10 h	12 h
芦丁	59.21	59.82	59.35	58.65	58.96	59.53	59.62
山柰酚-3-O-芸香糖苷	1.74	1.71	1.71	1.71	1.70	1.72	1.73
槲皮素	6.68	6.79	6.75	6.70	6.71	6.79	6.79

结果表明: 芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素含量的 RSD 分别为 0.68%、0.76%、0.70%, 表明槐花药材 12 h 的稳定性良好。

2.4.5 加样回收率考察 称取6份已知含量的槐花药材(安徽 131203, 芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素含量分别为 87.31 mg/g、2.29 mg/g、9.31 mg/g)0.25 g, 分别按照含量的 80%, 100%, 120% 加入对照品溶液(芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素含量分别为 2.18 mg/mL、0.055 mg/mL、0.24 mg/mL)8 mL、10 mL、12 mL, 按“2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3”项下色谱条件进样测定, 计算加样回收率, 结果见表4。

其中芦丁回收率的范围为 100.66%~104.77%、山柰酚-3-O-芸香糖苷回收率的范围为 95.57%~104.47%、槲皮素回收率的范围为 95.28%~104.66%, RSD 小于 3.00%。

2.5 相对校正因子的建立 以芦丁作为内标物, 取芦丁对照品进样得到相应的峰面积记作 A_s ; 对照品的

浓度记作 C_s ; 校正因子 $f = A/A_s \times C_s/C$, $C = f \times A \times C_s/A_s$ (其中 A 为被测物质的峰面积, C 为被测物质浓度)。

2.5.1 相对校正因子的重现性考察 取槐花药材(安徽 131203)按“2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3”项下色谱条件进样测定。同时采用芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素的对照品进行进样比较。其中对照品的含量分别为芦丁 0.936 mg/mL; 山柰酚-3-O-芸香糖苷 0.055 mg/mL; 槲皮素 0.140 mg/mL。考察不同柱子、不同柱温、不同流速、不同流动相比比例、不同仪器对相对校正因子的影响。结果见表5。

表5 不同柱子、柱温、流速、流动相比比例、不同仪器下的校正因子及相对标准偏差(RSD)

考察因素	不同条件	相对校正因子	
		山柰酚-3-O-芸香糖苷	槲皮素
色谱柱	Inertsil® ODS-SP	0.825 1	0.510 0
	Phenomenex® ODS C18	0.828 0	0.516 6
	Hedera ODS-3	0.829 8	0.517 8
	Inertsil® ODS-SP	0.826 0	0.514 3
柱温	35 °C	0.826 7	0.512 7
	40 °C	0.825 1	0.510 0
	45 °C	0.826 2	0.511 0
流速	0.95 mL/min	0.822 7	0.507 2
	1.00 mL/min	0.825 1	0.510 0
	1.05 mL/min	0.827 5	0.512 6
流动相比例(A:B)	38:62	0.825 6	0.517 4
	40:60	0.832 2	0.514 2
	42:58	0.821 6	0.510 6
仪器型号	Waters 2695	0.826 4	0.510 5
	Agilent 1260	0.867 1	0.526 9
	Shimadzu 10A	0.832 7	0.512 3
平均值		0.829 2	0.513 4
RSD/%		1.27	0.91

表1 高效液相色谱法测定3种黄酮类样品的线性关系

样品	回归方程	线性范围/(mg/mL)	r值	定量限/ng	检出限/ng
芦丁	$y = 1.8 \times 10^7 x + 800\ 000$	0.225~3.606	0.999 5	6.8	2.3
山柰酚-3-O-芸香糖苷	$y = 2.3 \times 10^7 x + 1\ 073.8$	0.007~0.210	0.999 9	2.9	0.9
槲皮素	$y = 4 \times 10^7 x + 140\ 000$	0.027~0.426	0.999 5	7.9	2.6

表4 高效液相色谱法测定槐花3种黄酮类成分的加样回收率及相对标准偏差(RSD)/%

成分	加入量	加样回收率						RSD
		第1份	第2份	第3份	第4份	第5份	第6份	
芦丁	80	103.06	102.92	100.66	103.70	102.67	102.82	1.13
	100	101.23	103.98	103.61	103.05	103.87	104.35	1.09
	120	103.69	103.42	104.77	103.97	103.83	103.46	0.48
山柰酚-3-O-芸香糖苷	80	100.78	96.03	97.22	97.77	102.30	98.27	2.38
	100	96.55	103.38	104.47	103.70	103.44	102.15	2.84
	120	100.20	96.21	100.80	95.57	100.30	101.62	2.58
槲皮素	80	102.72	97.93	97.74	97.52	96.75	95.28	2.56
	100	100.10	101.02	102.28	100.79	102.34	102.35	0.96
	120	100.51	104.52	102.48	104.66	100.98	102.30	1.86

试验结果表明,不同柱子、不同柱温、不同流速、不同流动相比、不同仪器对山柰酚-3-O-芸香糖苷和槲皮素的相对校正因子影响不大, $RSD < 5\%$ 。

2.5.2 待测成分色谱峰定位 以芦丁作为内标物,利用相对保留时间和化合物的紫外吸收特征峰定位色谱峰,考察不同柱子、不同柱温、不同流速、不同流动相比、不同仪器对相对保留时间的影响。结果见表6,试验结果表明,不同柱子、不同柱温、不同流速、不同流动相比、不同仪器对相对保留时间影响较小, $RSD < 5\%$ 。

表6 不同柱子、柱温、流速、流动相比、不同仪器校下的相对保留时间及相对标准偏差(RSD)

考察因素	不同条件	相对保留时间	
		山柰酚-3-O-芸香糖苷	槲皮素
色谱柱	Inertsil® ODS-SP	1.537 4	2.683 2
	Phenomenex® ODS C18	1.561 1	2.875 2
	Hedera ODS-3	1.467 2	2.408 6
	Inertsil® ODS-SP	1.497 5	2.552 2
柱温	35 °C	1.570 6	2.741 2
	40 °C	1.537 4	2.683 2
	45 °C	1.497 2	2.589 5
流速	0.95 mL/min	1.532 7	2.665 2
	1.00 mL/min	1.537 4	2.683 2
	1.05 mL/min	1.530 3	2.660 6
流动相比 例(A:B)	38:62	1.562 1	2.569 8
	40:60	1.543 9	2.657 2
	42:58	1.578 2	2.621 7
仪器型号	Waters 2695	1.565 2	2.562 7
	Agilent 1260	1.494 6	2.557 9
	Shimadzu	1.644 2	2.344 8
平均值		1.541 1	2.616 0
RSD/%		2.70	4.76

测定结果:校正因子 $f = A/A_s \times C_s/C$, 样品含量 $= f \times A \times C_s/A_s$ 。山柰酚-3-O-芸香糖苷相对保留时间在1.5左右,相对校正因子 $f_{\text{槲皮素/芦丁}} = 0.513 4$;槲皮素相对保留时间在2.6左右,相对校正因子 $f_{\text{山柰酚-3-O-芸香糖苷/芦丁}} = 0.829 2$,以此相对校正因子计算含量。

2.6 外标法与QAMS测定的比较 取40批槐花药材按“2.2”项下方法制备供试品溶液,按“2.3”项下色谱条件进样测定。分别采用QAMS与外标法计算40批槐花样品中芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷和槲皮素含量,结果表明40批槐花样品中3种黄酮用外标法测得的总量为 $(10.08 \pm 1.38)\%$,其中最低为7.14%,最高为13.97%;用QAMS相对校正因子测得的总量为 $(9.98 \pm 1.39)\%$,其中最低为7.01%,最高为13.88%,结果见表7。采用SPSS 16.0软件,对外标法和QAMS所测的槐花中芦丁、槲皮素和山柰酚-3-O-芸香糖苷含量进行独立样本 t 检验,统计结果见

表8,两种方法测定结果差异无统计学意义($t = 0.324, P = 0.747$)。

表7 40批槐花药材外标法与一测多评法(QAMS)测定结果/%

样品批次	外标法	QAMS	样品批次	外标法	QAMS
江苏 131121	9.15	9.16	安徽 140408	10.08	10.17
河北 305051	11.87	11.74	江苏 141015	9.25	9.44
安徽 20140510	10.75	10.58	江苏 141028	11.72	11.55
安徽 20140601	9.21	9.25	江苏 141030	10.12	10.03
江苏 111018	11.25	11.14	河北 304308	10.34	10.17
河北 305051	11.97	11.69	河北 304310	7.53	7.31
山东 140323	9.24	9.09	河北 304314	7.61	7.32
安徽 140401	11.37	11.24	安徽 140518	10.11	10.18
河南 140401	11.06	11.12	安徽 20140601	9.21	9.25
河北 140726	13.97	13.88	山东 140412	10.52	10.27
安徽 140406	10.44	10.47	山东 140625	9.54	9.48
安徽 140504	9.69	9.51	山东 140408	7.14	7.01
山西 140409	11.59	11.36	山东 140629	9.58	9.26
国槐河北 140426	8.88	8.87	安徽 131210	8.27	8.05
山东 140402	11.14	11.17	安徽 140608	10.34	10.51
山东 140625	11.55	11.42	安徽 140413	10.43	10.25
湖北 140524	10.04	10.06	湖北 140526	7.43	7.16
河北 304221	10.34	10.37	湖北 140528	10.56	10.37
山东 140602	9.94	9.76	河南 140403	9.15	9.12
安徽 131203	9.72	9.75	河南 140411	9.71	9.39
安徽 140602	11.52	11.34			

3 讨论

(1)本试验前期分别以30%甲醇、50%甲醇、70%甲醇、90%甲醇4种溶剂进行超声、回流、同时考察不同的提取时间、提取溶剂的体积,发现0.5 g槐花样品加入70%甲醇50 mL超声提取30 min,可获得比较好的效果;用甲醇-甲酸水溶液作为流动相体系,考察不同的流动相比,以及不同甲酸浓度对分离效果的影响。经综合考察基线噪声、拖尾、分离度等因素的影响,最终采用流动相比为40:60;甲酸浓度为0.5%作为槐花含量测定的色谱条件。

(2)本研究分别考察了不同色谱柱、不同仪器下3种黄酮类成分色谱峰的相对保留时间,结果显示各成分与芦丁内参物的相对保留时间变化较小。因此采用相对保留时间法进行槐花药材中各待测组分色谱峰的定位较为可靠。

(3)本试验以全国主产地40批槐花药材为研究样本,通过方法学验证、方法的耐用性试验、系统适用性等考察,对QAMS的适用性和实际应用可行性进行了比较研究。再采用SPSS 16.0软件,对外标法和QAMS所测的槐花中芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷和槲皮素含量进行独立样本 t 检验,结果 $P = 0.747$,

大于0.05,表明采用QAMS计算出的含量和外标法所测得的含量差异无统计学意义,提示本研究建立的校正因子可靠,能够实现在槲皮素和山柰酚-3-O-芸香糖苷对照品缺乏的情况下,通过芦丁与槲皮素和山柰酚-3-O-芸香糖苷之间相对保留时间进行色谱峰定性,利用芦丁和校正因子计算槲皮素和山柰酚-3-O-芸香糖苷的含量。由于《中华人民共和国药典》2015年版一部“槐花”药材含量测定项下只测定芦丁的含量,本次试验所用槐花药材样本来源较广,可以认为此次采集的样本基本上可以反映全国主产地槐花药材的原始质量状态。因此本试验研究建立的QAMS含量测定方法可以作为槐花药材国家标准修订的重要参考依据。

参考文献

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:2015年版.一部[M].北京:中国医药科技出版社,2015:354.
- [2] 钱文文,辛宝,史传道.槐花的营养保健功能及食品开发前景[J].农产品加工,2016(9):59-61.
- [3] 余祥雄,梁泽明,肖性龙,等.五种药食同源花提取物体外协同抗氧化作用[J].食品工业科技,2019,40(8):254-259
- [4] 马艳琴,郭珊珊,马进,等.不同槐花炮制品中总黄酮含量的比较研究[J].时珍国医国药,2018,29(1):76-78.
- [5] 夏虹,彭茂民.高效液相色谱法同时测定槐花中芦丁、槲皮素和

- 山柰酚的含量[J].应用化工,2014,43(10):1919-1921.
- [6] 马利华,郁曼曼.槐花多酚降糖作用的研究[J].食品科技,2019,44(3):211-215.
- [7] 韩玲玲,樊海瑞,林明珠,等.槐花醇提取物对2型糖尿病合并高尿酸血症小鼠疗效研究[J].中药材,2017,40(11):2697-2700.
- [8] 张伟云,王丽荣,许长江,等.槐花提取物降血糖活性研究[J].上海中医药杂志,2017,51(5):93-97.
- [9] HE X, BAI Y, ZHAO Z, et al. Local and traditional uses, phytochemistry, and pharmacology of *Sophora japonica* L.: a review[J]. J Ethnopharmacology, 2016, 187(5): 160-182.
- [10] 李卓悦,冯玉祥,张洪影,等.国槐花活性多糖抗氧化和免疫增强作用的研究[J].山东畜牧兽医,2018,39(6):1-3.
- [11] 赵丹,杨赛,宾东华.槐花散联合马应龙麝香痔疮栓治疗I、II期内痔出血42例疗效观察[J].湖南中医杂志,2019,35(4):59-60.
- [12] 康永强,贾育新,范珉钰,等.槐花治疗青少年鼻衄16例体会[J].世界最新医学信息文摘,2019,19(20):226,228.
- [13] 李荣乔,贾东升,温春秀,等.槐花多糖对免疫抑制小鼠免疫功能的影响研究[J].食品研究与开发,2016,37(24):155-159.
- [14] 陈忠杰,李利红,李存法,等.槐花多糖对小鼠免疫调节作用的试验[J].中国兽医杂志,2016,52(3):115-117.
- [15] 蒋楠,王富静,封亮,等.基于非酶糖基化反应的槐花抑制AGEs形成的活性组分筛选[J].中国中药杂志,2019,44(14):3100-3106.
- [16] 乐琴琴,张宏宇,杨梅辉,等.槐花米提取物对尿素酶的抑制活性[J].吉首大学学报(自然科学版),2017,38(4):59-62.
- [17] 皮文霞,赵文望,蔡宝昌,等.槐花对照提取物的制备及槐花中4个黄酮类成分的含量测定[J].中国药房,2018,29(19):2652-2656.

(收稿日期:2019-06-20,修回日期:2019-08-12)

doi: 10.3969/j.issn.1009-6469.2019.12.009

◇ 药物分析 ◇

高效液相色谱法同时测定女金胶囊等四种中成药中 橙皮苷和丹皮酚的含量

李燕¹,同晓霞¹,杨晓莉²

作者单位:¹陕西省延安市药品检验所生测室,陕西 延安 716000;

²陕西省食品药品监督检验研究院微生物室,陕西 西安 710065

通信作者:杨晓莉,女,副主任药师,研究方向为食品药品质量分析,E-mail:yangxiaoli0206@163.com

摘要:目的 建立一种利用高效液相色谱法同时检测女金胶囊、调经丸、舒尔经颗粒、活血止痛膏四种中成药中橙皮苷和丹皮酚含量的方法。方法 以女金胶囊为例,取供试品10粒,内容物混匀,精密称取0.2 g,置50 mL量瓶中,超声提取,甲醇定容;采用Agilent ZORBAX SB-C₁₈ (4.6 mm×250 mm,5 μm)色谱柱进行分离,0.2%磷酸溶液与甲醇梯度洗脱,柱温30 ℃,紫外检测器定量检测。结果 橙皮苷和丹皮酚在质量浓度为0.2~20.0 μg/mL范围内线性关系良好;相关系数R²>0.995;检测限:橙皮苷为0.05 μg/mL、丹皮酚为0.08 μg/mL;橙皮苷和丹皮酚3个浓度点(0.2、1.0和10 μg/mL)回收率分别在92.6%~100.9%、90.6%~98.2%之间;方法重复性(n=6)在5.0%以内。结论 该方法具有前处理简单、检出限低、准确度高等优点,可用于女金胶囊等四种中成药中橙皮苷和丹皮酚的含量的测定。

关键词:色谱法;高压液相;二极管阵列检测器;中成药;橙皮苷;丹皮酚;女金胶囊;调经丸;舒尔经颗粒;活血止痛膏