

HPLC法测定止咳祛痰灵中次野鸢尾黄素含量研究

（泰州市人民医院，江苏泰州 225300）
金涛

摘要 目的：建立止咳祛痰灵中次野鸢尾黄素的含量测定方法。方法：采用高效液相色谱法。色谱柱为 XBridge C₁₈ 柱(4.6mm×150mm, 5μm)，流动相为乙腈-水(30:70)，检测波长为 266nm。结果：次野鸢尾黄素在 0.0402~1.005μg 范围内呈良好的线性关系，回归方程： $Y=5.21 \times 10^6 X - 11738.43$, $r=0.9999$ ($n=6$)；加样回收率为 92.87%。结论：此方法简便、准确，可用于测定止咳祛痰灵中次野鸢尾黄素的含量。

关键词 止咳祛痰灵 次野鸢尾黄素 高效液相色谱

中图分类号 R284.1

文献标识码 A

文章编号 1672-397X(2014)12-0073-02

止咳祛痰灵为泰州市中医院院内制剂，主要由射干、桔梗等四味中药组成，具有止咳祛痰的功效，用于治疗咳嗽、急慢性支气管炎。该品种收载于《泰州市医院制剂规范》，原质量标准项下仅有鉴别项，未收载含量测定项，不利于药品质量的控制。方中射干为君药，次野鸢尾黄素为射干中的主要活性成分之一^[1]。本实验拟对止咳祛痰灵中次野鸢尾黄素的含量测定进行研究，现将结果报道如下。

1 材料

Waters2695/2996/Empower 高效液相色谱系统。次野鸢尾黄素对照品(中国药品生物制品检定所，批号为 111557-200602)；止咳祛痰灵样品(泰州市中医院，批号：140121、140520、140528)；乙腈为色谱纯，水为超纯水，其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱：XBridge C₁₈ 柱(4.6mm×150mm, 5μm)；流动相：乙腈-水(30:70)；检测波长：266nm；流速：1.0mL/min；柱温：35℃；进样量为 10μL。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取次野鸢尾黄素对照品适量，加甲醇制成 0.0402mg/mL 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 精密量取本品 10mL，加乙酸乙酯振摇提取 3 次，每次 15mL，合并乙酸乙酯液，回收至干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.4 阴性对照溶液的制备 按处方称取除射干外的药味，按其制备工艺制成空白制剂，再按“2.3”项下方法制成阴性对照溶液。

2.5 专属性试验 精密吸取对照品溶液、供试品溶液及阴性对照样品溶液，在上述色谱条件下，分别注入液相色谱仪。结果供试品溶液中次野鸢尾黄素峰与其他组分峰分离良好，阴性对照溶液在与次野鸢尾黄素对照品相同保留时间处无吸收峰出现，表明阴性对照无干扰，见图 1。

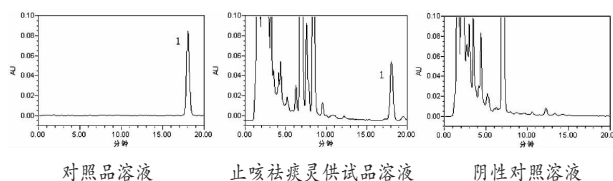


图 1 各组溶液高效液相色谱图(1-次野鸢尾黄素)

2.6 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 1、2、5、10、15、25μL 分别注入液相色谱仪，以进样量为 X，峰面积为 Y，绘制标准曲线，回归方程： $Y=5.21 \times 10^6 X - 11738.43$, $r=0.9999$ ($n=6$)。结果表明，次野鸢尾黄素在 0.0402~1.005μg 范围内线性关系良好。

2.7 精密度试验 精密吸取对照品溶液 10μL，连续进样 6 次，测得次野鸢尾黄素峰面积，结果 RSD 为 0.28%。

2.8 重复性试验 取同一批号的样品(批号为 140528)6 份，按“2.3”项下方法制备供试品溶液，并按上述色谱条件测定次野鸢尾黄素的含量。结果次野鸢尾黄素平均含量为 0.027mg/mL，RSD 为 0.94%。

2.9 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液，分别在制备后 0、2、4、8、16、24h 测定次野鸢尾黄素峰面积，结果 RSD 为 0.52%，表明供试品溶液在 24h 内稳定性良好。

2.10 加样回收率试验 精密吸取已知含量为 0.027mg/mL 的样品 5mL，分别精密加入对照品溶液(0.0243mg/mL)5mL，按供试品溶液制备方法制样 6 份，在上述色谱条件下测定，计算，结果见表 1。

2.11 样品含量测定 精密吸取不同批号的样品，按供试品溶液制备方法制备，在上述色谱条件下，进行含量测定，结果见表 2。

基于数据挖掘的姜建国治疗外感发热用药规律分析

程广欢 张沁园

(山东中医药大学, 山东济南 250355)

摘要 目的:基于中医传承辅助系统(V1.1)软件,分析姜建国治疗外感发热用药经验。方法:收集姜建国门诊治疗外感发热病的医案,录入“中医传承辅助系统”,采用该软件集成的规则分析、改进的互信息法、复杂系统熵聚类等数据挖掘方法,分析姜建国治疗外感发热的用药经验。结果:对筛选出的 125 个处方进行分析,确定处方中各种药物的使用频次,药物之间的关联规则。结论:姜建国治疗外感发热强调标本兼顾,治宜解表祛邪、清营凉血为主,兼以清热解毒、养阴润肺、止咳化痰等。

关键词 外感发热 用药规律 中医传承辅助系统(V1.1) 名医经验

中图分类号 R254.9 文献标识码 A 文章编号 1672-397X(2014)12-0074-03

姜建国教授为第五批全国老中医药专家学术经验继承指导老师,山东中医药大学博士生导师,国家中医药管理局“姜建国名医工作室”主持人,国家中医药管理局“齐鲁伤寒学术流派”负责人。姜建国临证 30 余年,治学严谨、经验丰富,谙熟本草药性,精通中医理论,擅用古方化裁和自制新方,用药精炼,

治验甚众,提出“知常达变”的常变观是中医辨证思维的基本特征之一^[1]。

“中医传承辅助系统”软件由中国中医科学院中药研究所与中国科学院自动化研究所联合开发,该软件采用规则分析、改进的互信息法等数据挖掘方法^[2],可实现“数据录入—数据管理—数据查询—数

基金项目:国家中医药管理局齐鲁伤寒流派传承工作室项目(LPGZS2012-34)

表 1 加样回收率试验结果(n=6)

供试品 取样量(mL)	供试品中 含量(mg)	对照品 加入量(mg)	测定结果 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
5	0.135	0.1215	0.250	94.65	92.87	1.31
5	0.135	0.1215	0.248	93.00		
5	0.135	0.1215	0.247	92.18		
5	0.135	0.1215	0.249	93.83		
5	0.135	0.1215	0.247	92.18		
5	0.135	0.1215	0.246	91.36		

表 2 样品含量测定结果(n=3)

批号	次野鸢尾黄素含量(mg/mL)	RSD(%)
140121	0.024	0.77
140520	0.030	1.19
140528	0.027	0.35

3 讨论

3.1 流动相的选择 比较了甲醇-0.2%磷酸(53:47)、乙腈-0.2%磷酸(39:61)、乙腈-0.1%磷酸梯度洗脱、乙腈-水(30:70)作为流动相的色谱效果^[2-5]。结果表明,以乙腈-水(30:70)为流动相,次野鸢尾黄素色谱峰分离度好,保留时间适当且避免了使用酸作为流动相。

3.2 提取方法的选择 考察了加甲醇超声提取法及乙酸乙酯提取蒸干加甲醇溶解法,2 种方法结果相近,但甲醇超声提取法主峰前后杂质峰多,故采用乙酸乙酯提取蒸干加甲醇溶解作为提取方法。

4 参考文献

- [1] 邱鹰昆,高玉白,徐碧霞,等.射干的化学成分研究.中国药学杂志,2006,41(15):1133
- [2] 国家药典委员会.中国药典(一部).北京:化学工业出版社,2010:267
- [3] 辛蕊华,谢家声,郑继方,等.射干地龙颗粒质量标准.中国实验方剂学杂志,2013,19(13):57
- [4] 赵玥,李国信.HPLC 法测定不同采收期鸢尾科 3 种植物中有效活性成分含量.辽宁中医药大学学报,2012,14(11):39
- [5] 焦正花,王红丽,张小华,等.射干口服液质量标准研究.中国中医药信息杂志,2011,18(12):62

第一作者:金涛(1966-),女,本科学历,主任中药师,中药学专业,从事中药制剂研究。jt0996@sina.com

收稿日期:2014-09-16

编辑:吴 宁