

HPLC 测定小儿肺咳颗粒中 麦冬甲基黄烷酮 A 含量

魏 凯¹ 李 欣²

1. 黑龙江天宏药业股份有限公司 黑龙江 哈尔滨 150025;
2. 哈尔滨市食品药品检验检测中心 黑龙江 哈尔滨 150525

【摘要】目的: 建立 HPLC 法检测小儿肺咳颗粒中麦冬甲基黄烷酮 A 含量的方法。**方法:** Capcell C18 (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相乙腈-水 (60 : 40); 检测波长 296 nm。**结果:** 麦冬甲基黄烷酮 A 在 1.04-26.00 μg/mL ($r = 0.9998$) 范围内线性关系良好; 平均加样回收率 98.66%, RSD = 1.30%。**结论:** HPLC 法检测麦冬甲基黄烷酮 A 含量的方法可用于小儿肺咳颗粒的质量评价。

【关键词】 小儿肺咳颗粒; HPLC; 麦冬甲基黄烷酮 A

【中图分类号】 R927.2

【文献标识码】 A

【文章编号】 1674-9321(2021)06-0129-01

小儿肺咳颗粒由麦冬等 22 味中药加工组成, 主要用于肺脾不足, 痰湿内壅所致咳嗽或痰多稠黄, 咳吐不爽, 气短, 喘促, 动辄汗出, 食少纳呆, 周身乏力, 舌红苔厚; 小儿支气管炎见以上证候者。其现行标准仅对橙皮苷进行了定量, 无与之相关的定量分析文献。为科学地评价小儿肺咳颗粒内在质量, 本实验采用 HPLC 法测定小儿肺咳颗粒中麦冬甲基黄烷酮 A 的含量, 以期完善小儿肺咳颗粒的质量标准。

1 仪器与试剂

Alliance 型高效液相色谱仪; XP-6 型电子天平。对照品麦冬甲基黄烷酮 A (批号 PRF8041122) 源于成都普瑞法科技开发有限公司; 乙腈为色谱纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

采用 Capcell C18 (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱, 柱温: 25 °C; 流动相: 乙腈-水 (60:40), 检测波长: 296 nm, 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μL。

2.2 对照品溶液制备

用甲醇制成麦冬甲基黄烷酮 A 对照品质量浓度为 0.104 mg/mL 的贮备液。精密吸取贮备液 0.1、0.5、1.0、1.5、2.0 和 2.5 mL, 均用甲醇稀释至 20 mL, 制成 6 个系列的对照品溶液 I ~ VI; 取质量浓度为 0.0104 mg/mL 的溶液作为对照品溶液。

2.3 小儿肺咳颗粒样品溶液和阴性样品溶液制备

精密称取研细的小儿肺咳颗粒 1.0 g, 用甲醇定容至 25 mL, 超声 45 min, 用甲醇定容, 摇匀滤过, 即得。制备不含麦冬的阴性样品及阴性样品溶液。

2.4 专属性实验

依次进样对照品溶液、样品溶液和阴性样品溶液, 结果样品色谱图中有与对照品保留时间一致的色谱峰, 分离度≥1.5, 阴性不干扰。

2.5 线性关系考察

2.2 项下 6 个系列对照品溶液依次进样检测, 以麦冬甲基黄烷酮 A 的质量浓度对峰面积进行线性回归, 得线性方程 $Y=9.1982 \times 105X+605.3$, $r = 0.9998$ 。

2.6 重复性、精密度及稳定性实验

制备 6 份小儿肺咳颗粒样品溶液检测, 结果含量的 RSD 为 1.89%。对照品溶液连续进样 6 次, 结果峰面积的 RSD 为 1.28%。取小儿肺咳颗粒样品溶液, 于配制后每隔 4 h 检测, 检测至 24 小时, 结果峰面积的 RSD 为 1.35%, 表明样品溶液 24 h 内稳定。

2.7 加样回收率实验

取研细的小儿肺咳颗粒 9 份, 每份精密称定 0.5 g, 3 份为 1 组, 每组精密加对照品溶液 (0.0280 mg/mL) 0.8、1.0、1.2 mL, 制成加样回收样品溶液, 测定, 结果见表 1。

表 1 加样回收率结果

	称取量/g	样品含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均值/%	RSD/%
	0.5002	0.0285	0.0224	0.0502	96.88		
	0.5015	0.0286	0.0224	0.0509	99.55		
	0.4973	0.0283	0.0224	0.0499	96.43		
	0.4980	0.0284	0.0280	0.0560	98.57		
麦冬甲基黄烷酮 A	0.5209	0.0297	0.0280	0.0573	98.57	98.66	1.30
	0.5106	0.0291	0.0280	0.0572	100.36		
	0.4887	0.0279	0.0336	0.0614	99.70		
	0.4971	0.0283	0.0336	0.0615	98.81		
	0.5065	0.0289	0.0336	0.0622	99.11		

2.8 含测

制备 3 批小儿肺咳颗粒样品溶液 (每批 3 份) 测定, 结果小儿肺咳颗粒中麦冬甲基黄烷酮 A 含量在 0.053~0.071 mg/g 之间。

3 讨论

本实验在选择流动相时, 考察了乙腈-水、甲醇-水两个流动相体系, 结果显示以乙腈-水检测效果最好, 分离度≥1.5。实验还对样品提取进行了优化, 考察了 50%、70%、100% 甲醇超声或回流提取 30min、45min、60 min 时提取率及杂质情况, 结果表明甲醇提取 45 min 提取率高杂质少。

采用 HPLC 法检测小儿肺咳颗粒中麦冬甲基黄烷酮 A 含量的方法, 快捷准确, 可为小儿肺咳颗粒质量控制提供技术参考。

参考文献

- [1] 国家药品监督管理局药品标准 WS-11375(ZD-1375)-2002[S].2002.
- [2] 吴发明, 杨瑞山, 张思荻, 等. 高效液相色谱法同时测定麦冬中 3 个黄酮成分的含量 [J]. 中国药理学杂志, 2016, 51(8): 655-658.
- [3] 吴发明, 张思荻, 曾俊, 等. HPLC-ELSD 法测定不同产地麦冬中 4 种代表性成分的含量 [J]. 药物分析杂志, 2016, 36(8): 1370-1376.
- [4] 吴发明, 蔡晓洋, 王盼, 等. HPLC 同时测定麦冬中 5 个皂苷成分的含量 [J]. 中国中药杂志, 2015, 40(20): 4022-4025.