

HPLC 法测定退热饮口服液中绿原酸的含量

孟建升 (商丘市食品药品检验所 河南商丘 476000)

摘要 目的: 采用 HPLC 法建立退热饮口服液中绿原酸的测定方法。方法: 采用 Diamonsil C₁₈ 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.4% 磷酸(15: 85); 检测波长为 327 nm; 体积流量为 1.0 ml · min⁻¹。结果: 绿原酸在 8.01 ~ 72.07 μg · ml⁻¹ 线性关系良好, $r=0.999\ 7$, 平均回收率为 99.25%, $RSD=1.26\%$ 。结论: 本方法重复性好, 灵敏度高, 可用于退热饮口服液中绿原酸的含量测定。

关键词 高效液相色谱法; 退热饮口服液; 绿原酸

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 1008-049X(2012)05-0725-02

退热饮口服液(豫药制字: Z04140052)是由金银花、连翘、知母、石膏、黄芩、黄连、地黄、玄参、柴胡、葛根十味药材加工制成的复方制剂, 具有清热解毒, 生津止渴之功效, 用于热毒壅盛所致的发热、烦躁口渴、咽喉肿痛等症^[1]。现行质量标准中仅有薄层色谱鉴别, 未收载含量测定项目。为确保该产品的质量标准的规范, 建立一种针对有效成分简便、快速、准确的定量方法, 笔者参考有关文献^[2-6], 采用 HPLC 法, 对方中的君药金银花中的有效成分绿原酸进行定量测定, 方法简便准确, 结果满意, 为提高和完善本制剂质量标准提供了试验依据。

1 仪器与试药

Agilent 1200 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司), 赛多利斯电子分析天平(德国赛多利斯有限公司), UV2550 型紫外分光光度计(日本岛津公司)。绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 0753-200111); 乙腈为色谱纯, 其余试剂均为分析纯; 退热饮口服液(商丘市第一人民医院, 批号见表 1)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈ 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 乙腈-0.4% 磷酸(15: 85)为流动相; 体积流量: 1.0 ml · min⁻¹; 检测波长: 327 nm; 进样量: 10 μl。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取绿原酸对照品适量, 加 50% 甲醇制成制成每 1 ml 含 40 μg 的溶液, 用 0.45 μm 的微孔滤膜滤过, 作为对照品溶液。

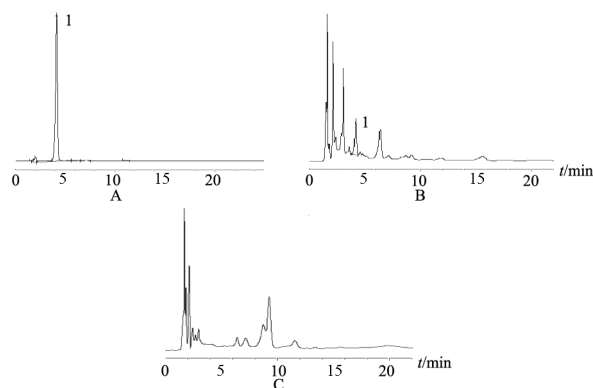
2.3 供试品溶液及阴性样品溶液的制备

精密量取本品 5.00 ml, 置具塞锥形瓶中, 精密加 50% 甲醇 50 ml, 称定重量, 超声(250 W, 35 kHz)处理 30 min, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5 ml, 置 25 ml 棕色量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。另取缺金银花的其他味药按处方工艺制成阴性制剂, 按上述方法制备阴性样品溶液。

2.4 干扰试验

精密量取对照品溶液、供试品溶液及阴性样品溶液各

10 μl, 注入高效液相色谱仪, 分别进行测定, 结果供试品溶液与对照品溶液主峰的保留时间一致, 阴性样品溶液对主药无干扰。色谱图见图 1。



A. 对照品 B. 供试品 C. 阴性样品 1. 绿原酸

图 1 HPLC 色谱图

2.5 线性关系考察

取绿原酸对照品约 20 mg, 精密称定, 置 50 ml 棕色量瓶中, 加 50% 甲醇适量, 振摇使完全溶解后, 稀释至刻度, 摇匀。分别精密量取 1, 2, 3, 5, 6, 7, 9 ml, 置 50 ml 量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀。按照“2.1”项下色谱条件, 分别进样 10 μl, 以各对照品浓度(X)对其峰面积(Y)进行线性回归, 得绿原酸的回归方程为 $Y=2.66 \times 10^3 X-64.28$, $r=0.999\ 7$ 。结果得绿原酸的线性范围为 8.01 ~ 72.07 μg · ml⁻¹。

2.6 精密度试验

取 40 μg · ml⁻¹ 的绿原酸对照品溶液, 重复进样 5 次, 每次 10 μl, 记录峰面积, 计算 RSD 为 0.66% ($n=5$), 表明精密度良好。

2.7 重复性试验

取同一供试品(批号: 100608)5 份, 平行试验, 分别进样测定, 记录峰面积, 计算绿原酸的含量, 结果平均含量为 1.598 2 mg · ml⁻¹, $RSD=1.27\%$ ($n=5$), 表明本法重复性良好。

2.8 稳定性试验

取同一供试品溶液, 分别在 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 进样测定,

$RSD = 1.33\%$ ($n = 6$),供试品溶液中绿原酸在 10 h 内可保持稳定。

2.9 加样回收率试验

精密量取同一样品(含量为 $1.632\text{ }\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$)2.5 ml, 6 份,另精密称取绿原酸对照品40.05 mg,置 100 ml 量瓶中,加 50% 甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,分别精密量取 10 ml,置上述 6 份样品中,分别照供试品制备方法制备供试品溶液,按照“2.3”项下供试品溶液制备方法制备溶液,按照“2.1”项色谱条件,分别测定,结果平均回收率99.25%, $RSD = 1.26\%$ 。

2.10 样品含量测定

取 3 批样品,按“2.3”项下方法制备供试液,各进样 10 μl ,依法测定绿原酸的含量,结果见表 1。

表 1 3 批样品中绿原酸的含量 ($n = 5$)

样品批号	样品含量($\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$)	$RSD(\%)$
100502	1.6322	1.52
100608	1.5971	1.53
100806	1.6453	1.57

3 讨论

3.1 采用可见-紫外分光光度计在 200 ~ 400 nm 波长进行

HPLC 法测定清感口服液中紫菀酮的含量

杨久云 张思波 朱诗立 (恩施自治州中心医院 湖北恩施 445000)

摘要 目的: 建立清感口服液中紫菀酮的 HPLC 测定方法。**方法:** 色谱柱:Shimadzu ODS(150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm),流动相:乙腈:水(90:4),流速: $1.0\text{ }\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$,检测波长:208 nm。**结果:** 紫菀酮在0.112 ~ 1.12 μg 范围内线性关系良好($r = 0.999\text{ }8$),平均加样回收率为98.5%, RSD 为0.84%。**结论:** 本方法可作为清感口服液中紫菀酮的含量测定方法。

关键词 清感口服液;紫菀酮;含量测定

中图分类号:R927.2 文献标识码:B 文章编号:1008-049X(2012)05-0726-02

清感口服液是我院临床应用 20 余年的医院制剂(批准文号:鄂药制字 Z20110115 号),疗效确切。原标准中没有含量测定项,为了完善该制剂标准,更好地控制该产品的质量,笔者采用高效液相色谱法对方中主药紫菀中的紫菀酮进行了含量测定,建立测定方法,以控制其质量。

1 仪器与试药

LC-10A 型高效液相色谱仪(日本岛津),SPD-10A 紫外检测器,BP211D1/10 万电子分析天平(德国塞多利斯)。紫菀酮(批号:111581-200403,中国药品生物制品检定所提供,供含量测定用);乙腈、甲醇为色谱纯,水为双蒸水,其余试剂均为分析纯;清感口服液(批号为: 2011002、2011008、2011027、2011037)及阴性对照品均由我院制剂室提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适应性试验^[1]

色谱柱:Shimadzu ODS(150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm),流动

相:乙腈:水(90:4),流速: $1.0\text{ }\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$,检测波长 208 nm,柱温为 35℃,进样量 10 μl 。在上述色谱条件下,注入对照品溶液,理论塔板数以紫菀酮峰面积计算不低于 3 500。

3.2 本试验采用 50% 甲醇溶液为溶媒超声提取,并比较了超声处理 0,10,20 ,30,40 min,结果表明超声 30 min 提取绿原酸含量最高,故采用本方法处理样品。

参 考 文 献

- 1 河南省食品药品监督管理局. 河南省医疗机构制剂标准[S]. 2004
 - 2 中国药典[S]. 2010 年版. 一部. 205-206
 - 3 赵琪钟,李晓梅,李良昌. HPLC 法测定双黄连栓中绿原酸的含量[J]. 中国药师,2009,12(6):770-771
 - 4 林丽美,刘菊妍,王燕,等. RP-HPLC 法测定金银花中绿原酸的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2009,15(9):22-23
 - 5 蒋俊春,孟建升. HPLC 法测定辛夷鼻炎康胶囊中梔子苷的含量[J]. 中国药师,2011,14(7):1055-1056
 - 6 耿家玲,孟芹. HPLC 法测定灯盏细辛中绿原酸和咖啡酸的含量[J]. 中国药师,2010,13(5):701-702
- (2011-11-29 收稿 2012-02-28 修回)

相:乙腈:水(90:4),流速: $1.0\text{ }\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$,检测波长 208 nm,柱温为 35℃,进样量 10 μl 。在上述色谱条件下,注入对照品溶液,理论塔板数以紫菀酮峰面积计算不低于 3 500。

2.2 用溶液的制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取紫菀酮对照品5.6 mg,置 50 ml 量瓶中,加氯仿超声溶解并稀释到刻度,摇均,即得浓度为 $0.112\text{ }\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$ 对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液^[2] 精密量取批号为 2011002 的清感口服液 10 ml,置 100 ml 分液漏斗中,用氯仿萃取 5 次,每次 30 ml,合并萃取液并回收氯仿至近干,残渣加氯仿 5 ml 溶解,上硅胶层析柱(柱径 1 cm,硅胶 5 g,湿法装柱,用氯仿 20 ml 预洗),用氯仿 100 ml 洗脱,收集洗脱液,回收氯仿,残渣用适量的氯仿溶解并转移到 10 ml 量瓶中,稀释至刻度,摇均,过 0.45 μm 滤膜,取续滤液为供试品溶液。

2.2.3 阴性对照溶液 根据处方组成,按照生产工艺制备

通讯作者:杨久云 Tel:13135837066 E-mail:tryjy@163.com

HPLC法测定退热饮口服液中绿原酸的含量

作者：[孟建升](#)
作者单位：[商丘市食品药品检验所, 河南商丘, 476000](#)
刊名：[中国药师](#) 
英文刊名：[CHINA PHARMACIST](#)
年，卷(期)：2012, 15 (5)

本文链接：http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgys201205052.aspx