

HPLC 法测定桑菊感冒颗粒中绿原酸的含量

★ 唐春华 (江西省鹰潭市药品检验所 鹰潭 335000)

★ 邹晓华 (江西南昌桑海制药厂 南昌 330115)

关键词: HPLC 法; 桑菊感冒颗粒; 绿原酸

中图分类号: R 284.1 文献标识码: A

桑菊感冒颗粒系收载于卫生部药品标准中药成方制剂第 2 册的常用中药制剂, 该标准只收载了性状和检查项目, 未收载含量测定方法。笔者采用 HPLC 法对该制剂中桑叶、菊花中绿原酸的含量进行了测定, 现报道如下:

1 材料和方法

1.1 仪器与设备 美国 HP1100 型高效液相色谱仪; 绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所供, 供含量测定用, 批号: 0753-99107); 乙腈、甲醇为色谱纯; 水为滤过的重蒸馏水; 其余试剂为分析纯; 样品为市售。

1.2 色谱条件 色谱柱: Kromacil C₁₈ 柱(4.6 mm × 200 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.4% 磷酸(10: 90); 流速 1.0 ml/min; 检测波长 328 nm; 柱温: 室温; 定量方法: 外标法。

1.3 对照品溶液的制备 精密称取绿原酸对照品适量, 加甲醇溶解并配制成浓度为 6 μg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。

1.4 供试品溶液的制备 取本品约 11 g, 研细, 精密称取 1 g 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇适量, 超声提取 20 分钟, 放至室温, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液经微孔滤膜过滤后作为供试品溶液。

2 实验结果

2.1 系统适应性实验 分别取对照品液, 供试品液, 不含桑叶、菊花的阴性样品供试液注入液相色谱仪, 记录色谱。在上述条件下绿原酸峰与样品液中的其它组分色谱峰达到了基线分离, 阴性样品无干扰, 证明此分离条件可行。

2.2 线性关系考察 精密称取绿原酸对照品适量, 分别用甲醇溶解并配成浓度为 2.04、8.16、16.32、24.48、32.64、40.8 μg/mL 的对照品系列溶液, 各取 20 μL 进样, 按含量测定方法测定峰面积, 以峰面积为纵坐标, 绿原酸浓度为横坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程为: $Y = 144\ 502.1X - 7\ 180$ ($r = 0.999\ 9$), 表明绿原酸在 2.04~40.8 μg/mL 的浓度

范围内呈良好的线性关系。

2.3 精密度试验 取对照品溶液, 重复进样 5 次, 每次间隔 30 分钟, 按含量测定方法测定峰面积, RSD 为 0.35%。

2.4 重复性试验 取同一批号样品, 按含量测定方法重复测定 6 次 ($n = 6$), RSD 为 1.8%。

2.5 稳定性试验 取绿原酸对照品的溶液在 1 天内每隔 1 小时进样 3 次, 持续 6 个间隔, 其峰面积日内相对偏差为 $RSD = 1.2\%$ 。

2.6 回收率试验 取 5 份已知含量同一样品, 分别精密加入绿原酸对照品, 按上述实验条件测定, 结果见表 1。

表 1 绿原酸回收率试验结果 ($n = 5$)

序号	样品量/g	含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率(%)	平均(%)	RSD(%)
1	0.9438	0.1977	0.204	0.4025	100.20		
2	0.9944	0.2083	0.204	0.4001	97.04		
3	1.0012	0.2098	0.204	0.4043	97.70	98.79	1.60
4	0.9543	0.1999	0.204	0.4066	100.67		
5	1.0983	0.2301	0.204	0.4270	98.36		

2.7 样品测定 分别取供试品溶液及对照品各 20 μL, 注入液相色谱仪, 测定峰面积按外标准计算, 结果见表 2。

表 2 样品中绿原酸含量

厂名	批号	含量/mg·g ⁻¹	RSD(%)
A	030503	0.209 5	0.36
B	010813	0.174 5	0.52
C	020917	0.132 6	1.11

3 讨论

(1) 运用 HPLC 法测定桑菊感冒颗粒中的有效成分绿原酸, 方法准确, 重现性好, 且简便易行, 可用于该制剂中绿原酸的总量控制。

(2) 该制剂中绿原酸的含量因原料、生产、工艺等因素而产生较大波动, 故应选用优质原料, 优化生产工艺, 提高产品质量。

(3) 笔者考察了样品的超声提取时间, 结果 20 分钟即可将样品中绿原酸提取完全, 故选 20 分钟。

(收稿日期: 2003-09-22)