

RP-HPLC 法测定健儿清解液中绿原酸的含量

★ 郑宜贵 (江西省南昌济生制药厂 南昌 330115)

关键词:健儿清解液;绿原酸;高效液相色谱;质量标准

中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

健儿清解液是由金银花、杭菊花、山楂、连翘等中药组成的复方制剂,具有清热解毒、祛痰止咳、消滞和中功效。其组方中的金银花用量最大,为更有效控制产品质量,对其中有效成分绿原酸采用 HPLC 法进行含量测定,以控制产品质量。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪 (SP1000, UV2000 检测器), 电子天平 (梅特勒, 十万分之一), 甲醇为色谱纯, 其它试剂为分析纯。

绿原酸对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 753-9205)。健儿清解液 (南昌济生制药厂提供)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 十八烷基硅烷键合硅胶柱 (4.6 mm × 250 mm), 流动相为甲醇-0.4% 磷酸溶液 (25-75), 检测波长为 327 nm, 检测器灵敏度 AuFs 为 0.5, 柱温 40 °C, 流速 1 mL/min, 理论板数按绿原酸峰计算应不低于 1 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取绿原酸对照品适量, 置棕色瓶中, 加 50% 甲醇制成 25 μg/mL 的溶液 (于 10 °C 以下保存)。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 50 mL 分别加乙酸酯 10 mL、5 mL 振摇 10 分钟后, 分取乙酸乙酯层于蒸发器中, 于 60 °C 以下水浴挥干后, 精密加入 50% 甲醇 5 mL, 振摇使溶解均匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

2.4 阴性对照溶液制备 取不含金银花、菊花的中药材按处方量及工艺制成阴性溶液, 按“2.3”项下操作后进行制备。

2.5 样品及测定波长的确定 取上述对照品及样品溶液分别进行光谱测定, 结果绿原酸对照品与样品在 327 nm 都有最大吸收波长, 保留时间基本一致。

2.6 阴性对照试验 取上述制定的空白样品同样进样, 空白样品项在相应的保留时间上无吸收峰。

2.7 标准曲线绘制 绿原酸对照品溶液 0.038 8 mg/mL, 分别进样后 3、5、7、9、11、15 μL, 按试验方法项下的系统性试验条件测定, 以绿原酸量 (μg) 为横坐标, 色谱峰面积为纵坐标绘制曲线, 结果绿原酸在 0.075~0.332 μg 的范围内, 进样量与色谱峰呈良好的线性关系, 回归方程为 $Y = 106.54X + 8.2307$, $r = 0.9998$ 。

2.8 稳定性试验 取样品按上述系统性试验条件, 每 1 小时进样一次, 连续测定 10 次, 结果 $RSD = 1.8\%$, 样品在 8 小

时内测定较稳定。

2.9 精密度试验 取绿原酸对照品 0.038 8 mg/mL 各进样 5 μg, 连进 5 次, 结果 $RSD = 1.15\%$ 。

2.10 重现性试验 取同一批样品经混合后, 各取 5 mL 样品 5 份, 经上述含量测定项下分别测定后, $RSD = 0.8\%$, 表明样品测定有较好的重现性。

2.11 回收率试验 取已测定供试品 (0.3125 mg/mL) 50 mL, 精密加入 2 mL 绿原酸对照品溶液 (0.275 mg/mL), 按上述供试品溶液的制备方法制备和测定各 5 份, 其结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

编号	取样量/mL	样品含量/mg	标准品加入量/mg	测得量/mg	回收率(%)	平均回收(%)	RSD(%)
1	2	0.625	0.55	1.173	99.83		
2	2	0.625	0.55	1.184	100.77		
3	2	0.625	0.55	1.179	100.34	100.60	0.516
4	2	0.625	0.55	1.186	100.94		
5	2	0.625	0.55	1.188	101.11		

结果表明: 本测定方法绿原酸的平均回收率为 100.60%, 符合要求。

2.12 样品测定 随机抽取 10 批样品, 照含量测定法进行绿原酸含量测定, 结果如表 2。

表 2 样品含量测定结果

批号	样品测定值/mg·支 ⁻¹	总体平均值/mg·支 ⁻¹
020911	3.15	3.23
020912	3.26	3.18
020913	3.15	3.12
021004	3.38	3.41
021015	3.40	3.47
021016	3.49	3.42
021117	3.28	3.26
021118	3.16	3.20
021215	3.45	3.42
021216	3.25	3.21

3 讨论

健儿清解液为《中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂》第 10 册中的品种, 金银花在处方中所占比例最大, 在执行标准中只有鉴别项目, 建立金银花中有效成分绿原酸的含量测定方法, 可有效控制产品质量。

(收稿日期: 2005-08-20)