

高效液相色谱法测定炎立消胶囊中原儿茶酸的含量

★ 刘艳¹ 简四梅² (1. 江西国药有限责任公司 南昌 330002; 2. 江西天一药业有限公司 南昌 330029)

关键词: 高效液相色谱法; 炎立消胶囊; 原儿茶酸

炎立消胶囊是由部颁标准中药成方制剂收载品种^[1], 全方由丁香叶单味药经提取加工组成, 具有清热解毒, 消炎等作用, 用于属于热证的细菌性痢疾、急性扁桃体炎、急性慢性支气管炎、急性肠胃炎、急性乳腺炎等感染性疾病。据报道^[2]丁香叶其活性物质主要有酚醇、3, 4 二羟基苯甲酸(原儿茶酸)、3, 4 二羟基苯乙醇、反式对羟基肉桂酸、丁香苦苷等, 通过研究, 最终采用高效液相色谱法测定炎立消胶囊中原儿茶酸的含量可以较好地控制该产品的质量。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂 高效液相色谱仪: Waters 2996 PDA 检测器, Waters 600 pump, Millennium 32 色谱数据工作站; 岛津 CTO-10ASCVP 柱温箱、紫外分光光度计: PERKIN ELMER Lambda12。甲醇为色谱纯, 其它试剂均为分析纯, 水为重蒸水。原儿茶酸对照品: 购自中国药品生物制品检定所(0844-20003, 供含量测定用)。炎立消胶囊: 自制。

1.2 色谱条件 色谱柱: Alltima C18(5 μm , 4.6 $\times$ 250 mm); 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(6: 94: 1), 流速 1.0 ml/min; 柱温: 25 $^{\circ}\text{C}$; 检测波长 258 nm, 进样量: 10 μl 。

1.3 实验方法

1.3.1 对照品溶液的制备 精密称取原儿茶酸对照品适量, 加 50% 的甲醇制成每 1ml 中含 10 μg 的溶液, 即得。

1.3.2 供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物, 混匀, 取约 0.5 g, 精密称定, 置 50 ml 量瓶中, 加 50% 甲醇 40 ml, 超声处理 30 分钟, 取出, 放冷, 用 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤, 再过 0.45 μm 微孔滤膜, 取续滤液置棕色瓶中, 避光保存, 即得。

1.3.3 阴性对照实验 取按处方及工艺制备的不含丁香叶药材的样品, 按供试品溶液的制备试验, 结果在原儿茶酸的峰位上未出现色谱峰, 说明阴性对照无干扰。

1.4 线性关系的考察 精密称取原儿茶酸对照品 0.343 mg 置 25 ml 量瓶中, 加 50% 甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 从中分别精密吸取 1、2、5、8、10、15 μl 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 以原儿茶酸的浓度(mg/ml)为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程为: $Y = 610\ 613\ 37X - 2\ 573$, $r = 0.999\ 4$ ($n = 6$), 结果表明原儿茶酸进样量在 0.0137 2 ~ 0.205 8 μg 范围内线性关系良好。

1.5 精密度试验 精密吸取同一对照品溶液注入液相色谱仪, 记录色谱图, 连续进样 6 次, 测定峰面积值, 结果 $RSD = 0.65\%$, 表明该仪器和方法精密度良好。

1.6 重复性试验 取同一批号样品, 按上述测定方法重复测定 6 次, 得其平均含量为 0.938 2 mg/g, RSD 为 0.97%。

1.7 回收率试验 精密称取已知含量的炎立消胶囊(原儿茶酸含量 0.938 2 mg/g) 适量, 精密加入一定量的原儿茶酸对照品, 按上述测定方法测定, 计算回收率, 结果平均回收率为 99.20%, $RSD = 1.06\%$ ($n = 6$)。

1.8 样品测定实验 按上述测定方法分别测定 3 批样品, 结果见表 1。

表 1 炎立消胶囊中原儿茶酸的含量

批号	原儿茶酸含量/mg $\cdot$ g ⁻¹
1	1.013
2	1.002
3	0.979

2 讨论

关于原儿茶酸的含量测定已经有了很多的报道, 测定条件各异, 但是对于在该品种的质量控制中建立以原儿茶酸为含量测定指标的研究, 还未有报道, 我们针对目前许多企业大力开发该产品的情况特研究了炎立消胶囊中的原儿茶酸的含量测定方法。经方法学研究表明该方法简便、快速、准确。可以作为炎立消胶囊的质量控制指标。在本次研究中我们发现文献报道的流动相针对本项目不能达到很好的分离效果, 最后确定以甲醇-水-冰醋酸(6: 94: 1), 流速 1.0 ml/min 时, 主峰与其他成分峰能较好的分离。但是流动相的 PH 及色谱柱的选择对主峰的峰形有较大的影响。在样品处理方面, 发现甲醇处理的样品杂质较多, 对主峰有较大的干扰, 因此选择 50% 的甲醇超声处理样品, 样品溶液 8 小时内峰面积变化 $RSD\%$ 只有 1.31%, 可以保证检测的顺利完成。

参考文献

- [1] 药品标准中成方制剂. 中华人民共和国卫生部[J]. 第 20 册 第 176 页.
- [2] 张淑蓉, 裴香萍, 裴妙荣. HPLC 测定紫丁香叶中原儿茶酸的含量[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(7): 602.