

酚含量用分光光度法比高效液相色谱法虚高的原因。

参考文献

4 结论

通过水蒸汽蒸馏 - 紫外分光光度法与样品超声提取液 -HPLC 法测定样品含量对比 ,HPLC 法更适合 ,方便快捷 ,灵敏度高 ,重现性好 ,准确可行。

[1] 卫生部药品标准十一册[S] 标准号 WS3-B-2102-96.

[2] 国家药典委员会.中华人民共和国药典[S]一部 2005

收稿日期 2008-08-12

HPLC 法测定清开灵口服液中绿原酸的含量

黄晓丹 傅 英 陈禧翎 罗建明

广州白云山明兴制药有限公司(510250)

摘要 目的 建立用 HPLC法测定清开灵口服液中绿原酸的含量。方法 采用日本岛津 SHIMADZU LC-2010A型液相色谱仪 ,ULTIMATE AQ- C18 色谱柱 ,检测波长 327nm,以甲醇 -0.2mol/L 磷酸二氢钠(调 pH至 3.2)(15 :85)为流动相 ,流速为 0.8ml/min。结果 精密度及回收率结果良好 ,平均回收率为 99.67%(n=10) ,RSD=1.30%。结论 :方法准确可靠 ,可用于清开灵口服液中绿原酸的含量测定。

关键词 :高效液相色谱法 ,清开灵口服液 ,绿原酸 ,含量测定

中图分类号 :R927.2

文献标识码 :A

文章编号 :1006-2882(2009)02-122-03

Determination of Chlorogenic Acid in Qingkailing Oral Liquid by HPLC

Huang Xiaodan,et al

Guangzhou Baiyunshan Mingxing Pharmaceutical Co.,Ltd (510250)

Abstract Objective: To build up an HPLC method for determination of chlorogenic acid content in Qingkailing oral liquid. Methods :The HPLC with ULTIMATE AQ- C18was used and detection wavelength was 327nm and a mixture of methanol-sodium dihydrogen phosphate solution (0.2mol/L, PH3.2) (15 :85) as mobile phase .The flow rate was 0.8ml/min. Results :The average recovery was 99.67% and RSD was 1.30% . Conclusion :This method is reliable,accurate and suitable for the determination of chlorogenic acid in Qingkailing oral liquid .

Key words : HPLC ,Qingkailing Oral Liquid ,Chlorogenic acid ,Content determination

清开灵口服液由金银花、板蓝根、栀子、水牛角、胆酸等组成 ,具有清热解毒功效 ,主治上呼吸道感染、病毒性感染、高热等症。绿原酸为金银花的主要有效成分之一 ,清开灵口服液的质量标准目前未收载绿原酸含量测定方法 ,为了更好地控制药品质量 ,我们采用高效液相色谱法测定该制剂中的绿原酸含量 ,实验结果表明该方法分离度高 ,重现性好 ,获得了满意的结果。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

岛津 SHIMADZU LC-2010A CLASS-VP 工作站 ,ULTIMATE AQ- C18 色谱柱(150mmx4.6mm 5μm) ;

1.2 试剂

绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所提供) ,清开灵口服液样品(广州白云山明兴制药有限公司) 批号 Mk2901、Mk2902、Mk2903。磷酸二氢钠为分析纯 ,甲醇为色谱纯。

2 色谱条件

色谱柱为 ULTIMATE AQ- C18 柱(150mmx4.6mm 5μm) ,流动相为甲醇 -0.2mol/L 磷酸二氢钠 (调 PH至 3.2)(15 :85) ,检测波长为 327nm ,流速为 0.8ml/ml 理论塔板数以绿原酸计不低于 2000。

3 实验方法与结果

3.1 供试溶液的制备

对照品溶液的制备 精密称取绿原酸对照品 5.04mg ,置 25ml 棕色量瓶中 ,加水至刻度 ,摇匀 ,精密量取 10ml ,置 100ml 量瓶中 ,用水稀释至刻度 ,摇匀 ,制成每 1ml 含 20.16μg 的溶液 ,即得。进样量 10μl。

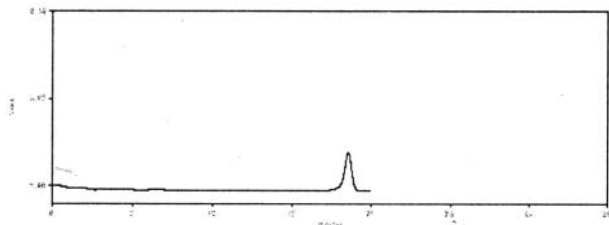
样品溶液的制备 精密量取清开灵口服液 1ml ,置 10ml 量瓶中 ,用水稀释至刻度 ,摇匀 ,用 0.45μm 微孔滤膜过滤 ,即得。进样量 20μl。

阴性样品溶液 按处方组成 ,取除金银花外的其余药

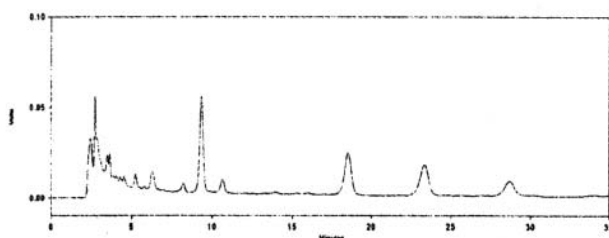
味,按工艺要求制成不含绿原酸的清开灵口服液,再按供试品溶液的制备项下的方法操作,得阴性样品溶液。

3.2 空白实验

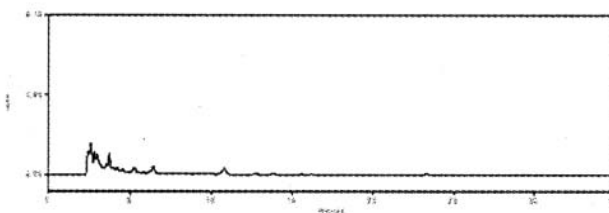
按上述仪器和实验条件,取 Mk2901 批供试品溶液、阴性样品溶液、绿原酸对照品溶液分别注入液相色谱仪,测定。结果供试品色谱图中,呈现与对照品保留时间相同的色谱峰,且基线平稳,分离度好,而阴性样品在此保留时间无色谱峰。(见图 1)



对照品溶液色谱图



供试品溶液色谱图



阴性溶液色谱图

3.3 线性关系

分别精密吸取对照品溶液 4, 8, 10, 15, 20 μl, 注入液相色谱仪, 测得峰面积。以峰面积为纵坐标, 绿原酸对照品进样量 (g) 为横坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程: $Y=3129026X+28285.55$, $r=0.9996$, 在 0.08064g-0.40320g 范围内, 绿原酸对照品进样量与峰面积呈良好的线性关系。见表 1

表 1 线性关系数据

进样体积	进样量	峰面积
4 μl	0.08064	268224
8 μl	0.16128	536392
10 μl	0.20160	669994
15 μl	0.30240	984048
20 μl	0.40320	1278396

3.4 精密度试验

取 Mk2901 批供试品溶液 20 μl, 按上述色谱条件重复进样 5 次, 测定峰面积, 数据见表 2。结果表明仪器精密度良好。

表 2 精密度试验结果

时间(h)	峰面积	平均值	RSD(%)
1	738613	738143.4	1.40
2	741012		
3	748678		
4	720966		
5	741448		

3.5 稳定性试验

取 Mk2901 批供试品溶液 20 μl, 按上述色谱条件分别于 0, 2, 6, 10 小时测定峰面积, 数据见表 3。结果表明样品在 10 小时内稳定。

表 3 稳定性试验结果

时间(h)	峰面积	平均值	RSD(%)
0	738613	734762.3	1.26
2	720966		
6	741136		
10	738334		

3.6 重复性试验

取本品 (批号 Mk2901) 50ml, 混合均匀, 精密量取样品 5 份, 每份 1ml。按供试品溶液制备方法制备, 依上述测定条件测定含量, 结果见表 4。

表 4 重复性试验数据

批号	峰面积	含量(μg/ml)	平均(μg/ml)	RSD(%)
Mk2901	1-(1)	738613	115.23	0.99
	1-(2)	741012		
	2-(1)	724079		
	2-(2)	734763		
	3-(1)	721565		
	3-(2)	734001		
	4-(1)	734310		
	4-(2)	741375		
	5-(1)	734709		
	5-(2)	744248		

3.7 加样回收率试验

精密量取重复性试验项下的样品 0.5ml 各 5 份, 分别精密加入浓度为 20.16 g/ml 的绿原酸对照品溶液 2ml, 按供试品溶液制备方法处理得供试品溶液, 按上述测定条件测定, 计算回收率, 结果表明此色谱条件测定绿原酸含量回收率良好。见表 5。

表 5 加样回收率试验结果

批号	峰面积	测得量(μg)	样品含量(μg)	加入对照品的量 μg	加入对照品的量 μg	回收率(μg/ml)	RSD(%)
Mk2901	1-(1)	624360	57.62	40.32	99.90	99.67	1.30
	1-(2)	622516			99.18		
	2-(1)	620361	57.62	40.32	98.34		
	2-(2)	618903			97.77		
	3-(1)	622894	57.62	40.32	99.33		
	3-(2)	621883			98.93		
	4-(1)	630331	57.62	40.32	102.23		
	4-(2)	627451			101.08		
	5-(1)	625051	57.62	40.32	100.17		
	5-(2)	624064			99.78		

回收率(%) = (测量值 - 样品含量) / 加入量 × 100%

3.8 样品测定

测定方法 照高效液相色谱法(中国药典 2005 版一部附录 D)测定^[2]。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以甲醇 -0.2mol/L 磷酸二氢钠(调 PH 至 3.2)(15:85)为流动相,检测波长为 327nm,流速为 0.8ml/min,理论塔板数以绿原酸计不低于 2000。

对照品溶液的制备 精密称取绿原酸对照品适量,置 25ml 棕色量瓶中,加水至刻度,制成每 1ml 含 20 μg 的溶液,即得。

样品溶液的制备 精密量取清开灵口服液 1mL,置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,用 0.45 μm 微孔膜过滤,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 10 μl 与供试品溶液 20 μl 注入液相色谱仪,测定,即得。

依上述条件测定 Mk2901、Mk2902、Mk2903 批清开灵口服

液绿原酸含量,结果见表 6。

表 6 含量测定结果(n=5)

批次	含量(mg/ml)	RSD%
MK2901	115.74	1.40
MK2902	103.91	1.12
MK2903	104.29	1.37

4 讨论

建立的清开灵口服液绿原酸含量高效液相色谱测定方法灵敏度、稳定性及重复性能符合含量测定的要求,而且操作简便,可以作为清开灵口服液生产中绿原酸含量的测定方法。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2005 年版(一部)[S]. 化学工业出版社 2005 附录 33-34

收稿日期 2008-11-18

HPLC 法测定宫炎康颗粒中芍药苷含量

冯柏春¹ 刘文亮²

1 哈药集团制药总厂(哈尔滨 150046) 2 哈药集团中药二厂研发中心(哈尔滨 150078)

摘要 目的 测定宫炎康颗粒中芍药苷的含量,提高宫炎康颗粒质量标准。方法 采用高效液相色谱法进行测定。结果 宫炎康颗粒中芍药苷的含量均在 5.4mg/g 以上。结论 高效液相色谱法能够快速、方便、准确地测定出宫炎康颗粒中芍药苷的含量,可用于评估宫炎康颗粒的质量标准。

关键词 HPLC、宫炎康颗粒、芍药苷、含量测定

中图分类号 R927.2

文献标识码 A

文章编号 1006-2882(2009)02-124-03

Determination of Paeoniflorin in Gongyankang Granules by HPLC