

·论著·

反相高效液相色谱法检测咽喉康
口服液中梓醇的含量

李康清 崔亚玲 张虹(河南省肿瘤研究所 郑州 450003)

王洪磊(河南省卫生防疫站 郑州 450003)

摘要 用反相 HPLC 以水-乙腈(96:4)为流动相,检测波长210nm,对咽喉康口服液中梓醇含量进行了检测,其保留时间为5.960分,平均加样回收率为99.12%,RSD为1.40%。本检测方法简便快速,准确可靠。

关键词 梓醇 咽喉康 高效液相色谱 地黄

Estimation of Catalpol in Yanhoukang Oral Liquid
by Reversed-phase HPLC

Li Kangqing, Cui Yaling, Zhang Hong (Henan Tumor Institute, Zhengzhou, 450003)

Wang Honglei

(Henan Provincial Station of Sanitation and Epidemic Prevention, Zhengzhou, 450003)

Abstract: Using reversed-phase HPLC at $\lambda=210\text{nm}$, with water-acetonitrile (96:4) as a flow phase, catalpol content in Yanhoukang oral liquid was estimated. The retention time was 5.960 minutes with an average recovery of 99.12%, and RSD 1.4%. The data suggested that the assay was simple but accurate.

Key words: Catalpol, Yanhoukang, HPLC, Rehmannia Glutinosa Libosch

咽喉康口服液为一纯中药制剂,主要由地黄、麦冬、山药、桔梗等组成。该制剂作为肿瘤放疗辅助药在临床已应用三年,对肿瘤放疗引起的放射性咽喉炎具有显著疗效;对阴虚内热型咽喉炎也有其独特疗效,具有见效快,无副作用等特点。地黄为方中君药,但对复方中地黄的质量控制研究尚未见报导。作者参考刘根成等人方法^[1],以地黄中梓醇为检测成分,建立了 HPLC 质量控制检测法,现报告如下。

1 仪器与色谱条件

美国惠普 HP1090M 型高效液相色谱仪, DAD 检测器, ODS 分离柱, $5\mu\text{m}$, $4.6\text{mm} \times 150\text{mm}$, 流动相: 水-乙腈(96:4), 柱温

38℃, 检测波长210nm, 流速1.2ml/min。十分之一分析天平。

2 药品与试剂

梓醇对照品购自中国药品生物制品检定所。中药购自河南省医药公司。甲醇为分析纯, 上海振兴化工一厂; 乙腈为色谱纯, 上海试剂四厂出品; 双蒸水自制。

3 方法与结果

3.1 标准曲线的绘制 精密称取梓醇对照品13.19mg, 置10ml 容量瓶中, 加双蒸水溶解并定容。分别精密吸取梓醇溶液2, 4, 6, 8, 10, 16 μl , 进样, 测定峰面积。以梓醇进样量及其对应峰面积做线性回归, 得回归方程 $Y=1.22X$, $r=1.000$ 。进样量在2.6~21.1 μg 之

间,线性关系良好。

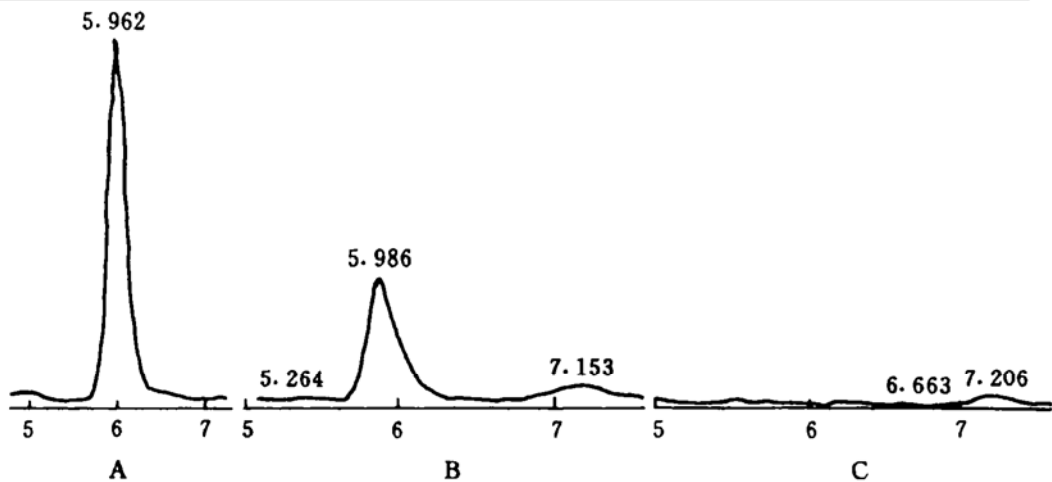
3.2 精密度测定 取1.319mg/ml的梓醇对照品溶液在色谱条件下连续进样6次,每次10 μ l,所得峰面积经计算,其 $\bar{x} \pm s$ 为1521.3 \pm 19.18,RSD为1.26%。

3.3 样品溶液的制备及测定 精密吸取本

制剂5ml,加甲醇12ml,边加边搅,放置片刻,过滤,用少量甲醇洗滤纸,洗至甲醇色淡,滤液置水浴挥去甲醇,余液置5ml容量瓶中加入双蒸水至刻度。用此法做3个批号的样品,每个批号平行做3份样品,每份样品进样10 μ l,计算含量。结果见表1及附图。

表1 咽喉康口服液中梓醇的含量

批号	测量量(%)			平均(%)	RSD(%)
950529	0.087	0.086	0.089	0.087 \pm 0.0015	1.75
950929	0.083	0.083	0.086	0.084 \pm 0.0017	2.06
951128	0.112	0.110	0.113	0.112 \pm 0.0015	1.37



3.4 阴性对照品的测定 除不加地黄外,其他药均按处方加工制作,并按样品溶液制备方法制备本样品,进样10 μ l,在梓醇吸收峰处不得出现吸收峰,见附图。

3.5 加样回收率试验 精密吸取制剂6份,每份5ml,3份加对照品溶液(1.318mg/ml)2ml,3份加3ml,同样品溶液制备方法处理,每个样品进样10 μ l 结果见表2。

表2 加样回收率试验

样品	对照品加入量(mg/ml)	样品测得量(mg/ml)	样品+对照品测得量(mg/ml)	回收率(%)	$\bar{x} \pm s$	RSD(%)
1	0.5272	0.6193	1.1529	101.2	99.12 \pm 1.39	1.40
2	0.5272	0.6262	1.1410	97.6		
3	0.5272	0.6503	1.1638	97.4		
4	0.7908	0.6263	1.4177	100.1		
5	0.7908	0.6192	1.4001	98.7		
6	0.7908	0.6521	1.4415	99.8		

4 讨论

本实验曾参考文献报导的方法^[1],选用水-乙腈(98:2)进行分离。但在阴性对照品的

色谱图中,在梓醇吸收峰尾端位置,有一小干扰峰,而使回收率达103%,后选用1~6%乙腈水做流动相,均未将这一小干扰峰分开,且

保留时间也恒定在8.20左右。后将柱温由28℃调到38℃,流动相乙腈:水固定为4:96,使小干扰峰得到了很好的分离,梓醇保留时间由8.20分提前到5.98分,而小干扰峰的保留时间改变不大,为7.20分。

本实验的样品制备方法简单,分离检测

时间短,为地黄及其制剂的质量检测提供了一个简便快速的方法。

参 考 文 献

- [1]刘根成,杜恒青,梁力.中草药1992;23(2):17