

HPLC 测定柴银口服液中连翘苷含量

蔡清宇¹, 唐慧慧¹, 康琛², 李曼玲^{2*}

(1. 海军总医院, 北京 100048; 2. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的: 建立柴银口服液中连翘苷的 HPLC 的含量测定方法, 测定 5 个不同批号柴银口服液中连翘苷的含量, 为更好的控制柴银口服液的质量提供参考。方法: 过中性氧化铝获得供试品溶液, HPLC 测定其含量; 色谱条件为十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱; 流动相乙腈-水(30:70); 流速 1 mL·min⁻¹; 柱温室温; 检测波长 277 nm。结果: 采用此 HPLC 法检测柴银口服液在 0.82 ~ 2.87 μg ($r=0.9999$), 表明线性关系良好, 回归方程为 $Y=620.01X+41.092$; 回收率为 101.78%, RSD 为 0.72%。结论: 该方法能够为柴银口服液的质量控制提供参考。

[关键词] 柴银口服液; 质量控制; 连翘苷; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2011)16-0094-02

柴银口服液是一种治疗感冒临床常用的成药制剂, 由柴胡、金银花、黄芩、葛根等 11 味中药组成, 具有清热解毒, 利咽止咳之功效, 临床用于上呼吸道感染外感风热症。此制剂在 2009 年防控甲流期间应用广泛且效果显著, 为更好的控制成药质量, 本文采用高效液相法对其连翘苷进行含量测定, 获得满意的结果。

1 仪器与试剂

安捷伦 1100 液相色谱仪; CHEM32 工作站; G1314A UV 检测器。连翘苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 0821-9903), 柴银口服液(鲁南厚普制药有限公司生产)乙腈为色谱纯, 水为娃哈哈纯净水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-水(30:70)为流动相; 检测波长 277 nm; 流速 1 mL·min⁻¹; 理论板数按连翘苷峰计算不低于 3 000。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 取连翘苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的溶液, 即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 精密吸取本品 1 mL,

加在中性氧化铝柱(100 ~ 120 目, 1 g, 内径 1 ~ 1.5 cm)上, 用 90% 乙醇 60 mL 洗脱, 收集洗脱液, 浓缩至干, 残渣用 50% 甲醇溶解, 转移至 1 mL 量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.3 空白对照溶液的制备 按中药口服液常规生产制备方法, 自制不含连翘药材的样品, 按“供试品溶液的制备”项下制备空白对照溶液。

2.3 标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 4, 6, 8, 10, 12, 14 μL 进样测定, 记录色谱峰面积, 以对照品的量 μg 为横坐标, 相应峰面积 A 为纵坐标, 作线性回归, 回归方程为 $Y=620.01X+41.092$ ($r=0.9999$), 表明连翘苷在 0.82 ~ 2.87 μg 线性关系良好。

2.4 精密度试验 按含量测定方法制备 1 份供试品溶液, 连续进样 5 次, 测定峰面积。结果, 连翘苷峰面积 RSD < 2%, 精密度良好。

2.5 稳定性试验 制备 1 份供试品溶液, 分别于供试品溶液制备后第 0, 1, 2, 4, 8, 12, 24 h 进行测定, 结果, 供试品中连翘苷含量 RSD < 2%, 表明该方法制备的供试品溶液在 24 h 内含量基本稳定。

2.6 重复性试验 平行制备 5 份供试品溶液, 分别进样, 测定峰面积。结果, 供试品中连翘苷含量 RSD < 2%, 重复性良好。

2.7 回收率试验 采用加样回收法。取已知含量的柴银口服液, 分别添加连翘苷对照品, 按上述色谱条件测定, 见表 1。

2.8 空白试验 按照供试品方法, 制备成药空白(即除去欲测药材连翘后制成的成药), 然后按照含

[收稿日期] 2011-03-13

[第一作者] 蔡清宇, 主管药师, 学士, 研究方向: 临床中药研究, E-mail: caining1977@163.com

[通讯作者] * 李曼玲, 研究员, Tel: 010-64035275

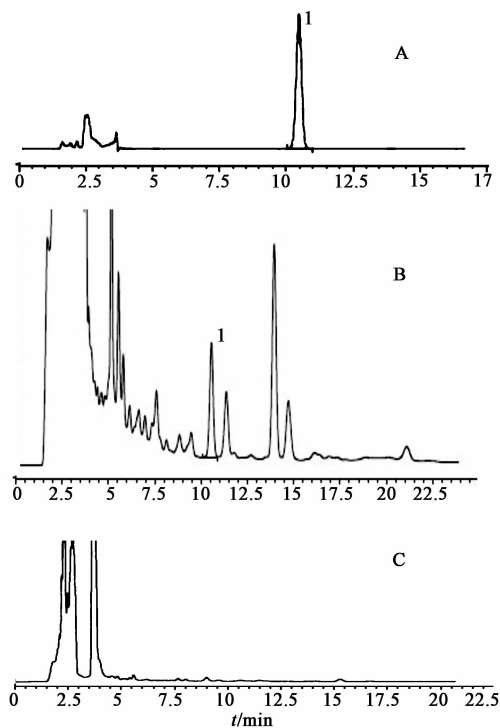
表1 连翘苷加样回收率测定

No.	取样量/mL	样品量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均值/%	RSD/%
1	0.5	0.107 0	0.14	0.250 5	102.50		
2	0.5	0.107 0	0.13	0.240 4	102.62		
3	0.5	0.107 0	0.13	0.239 1	101.62	101.78	0.72
4	0.5	0.107 0	0.13	0.238 4	101.08		
5	0.5	0.107 0	0.13	0.238 4	101.08		

量测定项下进行。结果表明柴银口服液的阴性(空白)对照液,在连翘苷的色谱峰处未发现吸收峰,表明无明显干扰。见图1。

表2 柴银口服液中连翘苷测定

批号	含量/ $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	平均含量/ $\text{mg}/\text{支}$
09063039	0.27	
09113007	0.16	
10013017	0.14	3.6
10013033	0.16	
10103013	0.17	



A. 对照品; B. 样品; C. 阴性(空白)样品; 1. 连翘苷

图1 柴银口服液 HPLC

2.9 样品测定 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 $10\ \mu\text{L}$, 依上述色谱条件测定。结果列于表2。

3 讨论

3.1 色谱条件的选择 采用2010年版《中国药典》第一部中连翘药材中测定连翘苷的条件测定柴银口服液中连翘苷的含量,结果表明,出峰效果良好,但出峰时间较长,经调整流动相比比例乙腈-水(30:70)

后,出峰时间快速,效果良好。

3.2 样品加入量的选择 对样品加入量1,2 mL的测定结果进行对比后,发现结果相近,故选择1 mL。

3.3 中性氧化铝用量的选择 对中性氧化铝的加入量1, 1.5, 2 g进行了对比,以加入1 g中性氧化铝所测含量最高,故选择1 g做为中性氧化铝用量列入正文。

3.4 乙醇体积分数的选择 对50%,70%,90%乙醇进行比较,结果表明以90%乙醇洗脱,测得含量为最高,故选择90%乙醇作为洗脱液。

3.5 乙醇洗脱量的选择 考察乙醇洗脱用量40, 60,80 mL对含量的影响,结果表明以乙醇洗脱量为60 mL含量最高。

3.6 定容溶液甲醇浓度的选择 考察定容溶液甲醇的体积分数50%,75%,100%对含量的影响,结果表明,以50%甲醇时含量为最高,故采用。

经多批样品中的连翘苷的测定,证明此方法准确,快速,为更好的控制柴银口服液质量提供了又一检测手段和方法。

[参考文献]

[1] 中国药典.一部[S]. 2010: 846,1085.

[责任编辑 蔡仲德]