

高效液相色谱法对妇炎口服液中绿原酸含量的测定

杨翠平^{1*}, 曹俊岭²

(1. 河南省平顶山市中医院, 河南 平顶山 467000;

2. 成都中医药大学药学院, 四川 成都 610075)

[摘要] 目的: 为妇炎口服液建立质量控制指标。方法: 运用 ODS 色谱柱, 以乙腈-0.4% 磷酸溶液(13: 87) 为流动相, 流速为 1mL/min, 检测波长为 327nm, 对妇炎口服液多批样品中的绿原酸进行含量测定。结果: 该方法所测的绿原酸含量重复性好 (RSD= 1.53%), 稳定性高 (RSD= 1.45%)。结论: 该方法准确、稳定, 可作为妇炎口服液的质量控制指标。

[关键词] 高效液相色谱法; 妇炎口服液; 绿原酸; 含量测定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)08-0021-02

妇炎口服液是我院制剂室与妇科研制开发的制剂, 主要由金银花、白芍、蒲公英等组成, 对慢性盆腔炎、附件炎及多种妇科疾病具有较好的疗效。但是, 对其质量控制缺乏有效的标准, 在一定程度上限制了它的应用, 其方中以金银花为主药, 而金银花中绿原酸含量的多少是考察金银花质量的关键指标, 现通过高效液相色谱法对妇炎口服液中绿原酸含量进行测定, 为妇炎口服液的质量控制提供标准, 为其进一步开发和利用奠定了基础。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 高效液相色谱仪 (Agilent-1100, DAD 检测器, 美国); 微量进样器 (25 μ L, Hamilton 美国); HPLC 化学工作站; 微量分析天平 (Mettler AE163 瑞士); TCQ-250 超声波清洗器 (北京医用仪器二厂) 等。

1.2 试剂 绿原酸对照品 (0753-200317) 购自中国药物生物制品检定所, 供含量测定用; 妇炎口服液 (200503212, 200506041, 200511181), 由本院制剂室提供; 甲醇和乙腈为色谱纯, 其余均为市售分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: ODS 柱 (Kromasil 250mm \times 4.6mm, 5 μ m 瑞典), 流动相: 乙腈-0.4% 磷酸溶液 (13: 87)。流速: 1mL/min, 温度: 室温, 检测波长: 327nm, 进样量 10 μ L。在此条件下, 绿原酸理论塔板数不低于 3000, 且与其他物质的色谱峰分离度大于 1.5。

2.2 供试品溶液的制备

2.2.1 标准溶液的制备 称取绿原酸对照品适量, 精密称定, 置棕色量瓶中, 加甲醇溶解, 制成每毫升含绿原酸为 0.041mg 的溶液作为对照品溶液, 冰箱冷藏备用。

2.2.2 供试品溶液的制备 精密吸取本品 20mL 于 60 $^{\circ}$ C 水浴下蒸发尽干, 加适量硅藻土, 于 90 $^{\circ}$ C 干燥, 精密加入甲醇 20mL 称定重量, 放置 12h, 超声处理 20min, 称重, 用甲醇补足减失重量, 滤过, 弃去初滤液, 取续滤液经 0.45 μ L 滤膜滤过, 作为样品溶液备用。同法制备不含金银花的阴性对照液。

2.3 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 (0.041mg/mL) 2.4.6.8.10mL 至 10mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 按上述色谱条件分别进样 10 μ L, 以主峰面积与相应的绿原酸对照品溶液浓度作线性回归, 回归方程为 $Y = 369.2X + 26.32$, 相关系数 $r = 0.9995$, 线性范围在 0.082~ 0.41 μ g 内良好。

2.4 稳定性试验 取供试品溶液, 于 0.3.6.12.16.24h 分别进样 10 μ L, 测定峰面积, RSD= 1.45%, 说明绿原酸在 24h 内稳定。

2.5 精密度试验 取同一对照品溶液, 连续进样 5 次, 每次 10 μ L, 测定峰面积, RSD= 0.65%。

2.6 重复性试验 取同一批号样品, 按供试品溶液制备方法制备 5 份供试品溶液, 分别进样测定, 结果绿原酸平均含量为, RSD= 1.53%, 表明重复性良好。

2.7 加样回收率试验 精密吸取已知绿原酸含量的供试品溶液 5 份各 1mL, 至 10mL 量瓶中, 分别加入绿原酸对照品溶液 1.2.4.6.8mL, 加甲醇至刻度,

[收稿日期] 2006-03-01

[通讯作者] 杨翠平, Tel: 13849558078

分别精密吸取 10 mL, 注入液相色谱仪, 分别计算回收率, 结果见表 1。

表 1 绿原酸加样回收率试验结果

样品中绿原酸含量 (mg)	绿原酸加入量 (mg)	测定结果 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.077	0.041	0.118	99.6		
0.077	0.082	0.159	100.5		
0.077	0.164	0.240	99.3	99.6	0.51
0.077	0.246	0.322	99.4		
0.077	0.328	0.403	99.3		

2.8 样品测定 精密吸取 3 个批号的样品溶液 10 mL, 每个样品取 3 份, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件进行测定。结果见表 2。

表 2 绿原酸含量测定结果

批号	平均含量 (mg/mL)	RSD%
200503212	0.077	1.23
200506041	0.081	1.54
200511181	0.078	1.33

3 讨论

金银花为妇炎口服液中的主药, 选择绿原酸作为指标性成分, 能够有效地控制妇炎口服液的质量。本实验结果表明, 用高效液相色谱法测定金银花中的绿原酸含量, 方法简便、准确、重复性好。因此, 绿原酸的含量测定为控制其内在质量的指标具有重要意义。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005. 152.