

# HPLC 法测定金芪降糖颗粒中绿原酸含量

陈洪英, 袁振营, 王富丽

(河南省宛西制药股份有限公司, 西峡 474550)

中图分类号: R284.1    文献标识码: D    文章编号: 1005-9903(2001)03-0014-02

金芪降糖颗粒为国家四类新药, 由金银花、黄连、黄芪等中药组成, 功能清热益气, 用于轻、中型非胰岛素依赖型糖尿病。绿原酸为该方君药金银花清热解毒的主要成分。其含量测定已报道有紫外分光光度法<sup>[1]</sup>, 脉冲极谱法<sup>[2]</sup>, 薄层扫描法<sup>[3]</sup>, HPLC

法<sup>[4]</sup>。由于复方中药制剂组分复杂, 为了有效控制药品质量, 采用 HPLC 法对该方有效成分绿原酸进行含量测定, 获得满意效果。

## 1 仪器与药品

美国惠普 HP110 型高效液相色谱仪, HP1100 系列单元泵, VWD 紫外检测器, HP3395 数据处理机, FA1104 型电子天平, 金芪降糖颗粒(本公司生产),

---

收稿日期: 2000-04-29

绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所),乙腈为色谱纯,水为去离子水,使用前超声处理。其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱 HYPERSIL ODS 柱(4mm × 250mm, 10μm) 流动相: 乙腈-水-冰醋酸(10:100:2); 检测波长 326nm; 柱温 40℃, 流速 1.0ml/min。在此条件下,样品中绿原酸与其它相关峰均能达到基线分离,保留时间约为 14.1min,空白无干扰。

**2.2 对照品溶液制备** 精密称取绿原酸对照品适量,用甲醇溶解,制成 0.1mg/ml 的溶液,即得。

**2.3 供试品提取条件的确定** 提取时间考察:取同批样品 5 份,各 1g,精密称定,加甲醇 50ml,分别超声处理 10 20 30 40 50min,放冷,称重,用甲醇补足损失的重量,摇匀,用 0.45μm 滤膜滤过,吸取续滤液 5μl,注入色谱仪,按上述色谱条件测定绿原酸含量。结果不同提取时间绿原酸的含量分别为 2.25 2.39、2.65 2.64 2.62mg/g。由此可知提取时间 30min,能对绿原酸提取完全。

提取溶剂用量选择:取同批样品 5 份,各 1g,精密称定,分别加甲醇 30、40、50、60、70ml,超声处理 30min,放冷,称量,用甲醇补足损失重量,同法测定绿原酸含量。结果不同溶剂用量所测绿原酸的含量分别为 2.46、2.59、2.66、2.60、2.64mg/g。说明溶剂用量 50ml 能对绿原酸提取完全。

**2.4 供试品溶液制备** 精密称取本品 1g,置 50ml 量瓶中,加甲醇至刻度,称量,超声处理 30min,放冷,再用甲醇补充至刻度,摇匀,用 0.45μm 滤膜过滤,弃去初滤液,取续滤液作为供试品溶液。

**2.5 标准曲线制备** 分别精密吸取上述对照品溶液 1、3、5、7、9μl,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积积分为纵坐标,绿原酸对照品的量为横坐标,绘制标准曲线,其回归方程为  $Y = 3615440X + 28696$ ,  $r = 0.9998$ 。绿原酸在进样量 0.103~0.927μg 呈良好的线性关系。

**2.6 精密度试验** 吸取上述对照品溶液 5μl,重复进样 5 次,结果 RSD 为 0.86%。证明精密度良好。

**2.7 重现性试验** 取同一批样品 6 份,分别按样品测试条件测定,结果 RSD 为 2.03%。表明重现性良好。

**2.8 样品测定** 分别精密吸取上述对照品溶液 3、

7μl,供试品溶液 5μl,注入高效液相色谱仪,测定峰面积,以外标两点法求出绿原酸的含量。结果见表 1。

表 1 样品中绿原酸含量

批号	20000301	20000302	20000303
绿原酸量(mg/g)	2.24	2.45	2.48
RSD%	1.94	2.10	1.98

表 2 绿原酸回收率试验

样品含量(mg)	添加量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
2.65	2.09	4.71	98.6		
2.54	2.02	4.58	98.5		
2.75	3.13	4.92	101.9	99.4	1.42
2.61	2.05	4.64	99.0		
2.73	2.11	4.82	99.0		

**2.9 回收率试验** 采用加样回收法,取已知含量的金芪降糖颗粒 1g,精密称定,分别添加绿原酸对照品,按样品制备方法及测试条件测定,结果见表 2。

**2.10 稳定性试验** 精密吸取对照品溶液 5μl,隔 1h 进样 1 次,共进样 8 次,测得绿原酸峰面积分值,计算 RSD 为 1.27%,证明绿原酸在 7h 内稳定。

## 3 结论

采用反相 HPLC 法测定金芪降糖颗粒中绿原酸的含量,方法简便、准确、灵敏,重现性好,回收率均符合要求,可作为该制剂的质量控制方法。

绿原酸的含量可能会因金银花产地不同而引起制剂中绿原酸含量的波动。关于这方面的工作有待进一步研究,故要控制金银花药材的来源,以保证成品质量。

## 参考文献:

[1] 林黎明. 差示导数光谱法测定金银花及银翘解毒片中总绿原酸含量[J]. 中国中药杂志, 1991, 16(5): 282.

[2] 张秀琴. 总绿原酸的快速脉冲极谱测定法[J]. 药物分析杂志, 1987, 7(3): 162.

[3] 郝美玲. 消淋散中绿原酸的薄层含量分析[J]. 中成药, 1997, 19(1): 48.

[4] 黄西峰. 反相 HPLC 分离金银花成份及绿原酸含量测定[J]. 中草药, 1998, 19(5): 14.