

# 反相高效液相色谱法测定清热解毒口服液中梔子甙含量

庞晓侠(河南省宛西制药股份有限公司, 西峡 474550)

中图分类号: R284.2 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2000)05-0013-02

清热解毒口服液是由梔子、生石膏、连翘、黄芩等十二味药物组成的复方制剂。具有清热解毒, 治疗流感, 上呼吸道感染及各种发热疾病, 已收载于《中国药典》1995版一部。本文应用反相高效液相色谱法测定清热解毒口服液中梔子甙的含量, 作为控制该中成药的质量标准之一, 具有操作简便, 快速灵敏, 准确, 重现性好等优点。

## 1 仪器与试剂

**1.1 仪器** Spetra-Physics 液相色谱仪, P100 输液泵, UV1000 检测器, SP 积分仪。

**1.2 样品和药品** 清热解毒口服液(河南省宛西制药股份有限公司生产); 梔子甙对照品(中国生物制品检定所提供); 乙腈(HPLC级); 丙酮(HPLC级)。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: ALLTEC C<sub>18</sub> 4.6x150mm (ALLTEC 公司); 流动相: 水-乙腈(45:5), 使用前减压抽滤脱气。流速: 1ml/min, 检测波长: 240nm, 纸速: 0.25cm/min。数据处理定量方法, 外标峰面积测定法。

**2.2 线性关系的考察** 精确称取梔子甙对照品 2mg, 置于 100ml 量瓶中, 用丙酮-水(1:1)溶液溶解并稀释至刻度, 制成每 1ml 含 20μg 的对照品溶液。分别吸取 5、10、15、20、25μl 对照品溶液进行分析, 以对照品进样量为横坐标, 对照品峰面积积分为纵坐标, 绘制标准曲线。在所观察的 0.1~0.5μg 范围内峰面积积分值与进样量呈线性关系。经统计

学计算, 得直线回归方程:  $Y = 37467x - 5159$ , 相关系数:  $r = 0.9998$ 。

**2.3 精密度试验** 先后测定进样量为 15μl 的清热解毒口服液样品液 5 次, 结果测定峰面积平均值为 6081.1, 计算得相对标准偏差 RSD 不大于 1.8%。

**2.4 稳定性试验** 吸取清热解毒口服液供试品溶液 10μl, 于 1、2、3、4、5 天反复测定。结果表明, 稳定性尚好, 无显著性变化。

**2.5 加样回收率试验** 在样品液中加入不同量的梔子甙对照品, 配制成加样样品液。分别按上述色谱条件测定其含量, 并计算加样回收率(见表 1)。

表 1 清热解毒口服液梔子甙加样回收率

样品中含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
0.372	0.334	0.700	98.2
0.388	0.356	0.735	97.4
0.342	0.346	0.678	97.1
0.346	0.382	0.719	97.6
0.349	0.367	0.707	96.7
平均回收率%	97.4	RSD(%)	0.51

**2.6 清热解毒口服液中梔子甙的含量测定** 精密量取清热解毒口服液 10ml 于蒸发皿中, 置水浴上蒸干, 加丙酮溶解, 后转入 100ml 容量瓶中, 加丙酮至刻度, 放入 CSF-1A 超声发生器中振荡 25min(40℃), 然后, 以 0.5μm 的滤膜过滤, 取得滤液即成供试品溶液。吸取供试品溶液 10μl 按上述色谱条件测定, 用外标峰面积法计算清热解毒口服液中梔子甙含量分别为: 3.8, 3.6, 3.5, 3.4, 3.7(%)。

### 3 讨论

3.1 在制备样品时,口服液必须蒸干,否则测定的含量不准确,误差较大。

3.2 制备样品时,超声振荡时间不得少于25min,超过25min,测得的结果与25min无明显差异。

3.3 用反相高效液相法测定槲子甙的含量。方法稳定,结果准确专属性强,可做为清热解

毒口服液的质量控制方法之一。

#### 参考文献:

- [1] 四川医学院. 中草药学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1982. 348.
- [2] 中华人民共和国药典[M]. 一部. 广州: 广东科技出版社, 北京: 化学工业出版社, 1995. 604.