

HPLC 法测定心舒口服液中原儿茶醛的含量

王静竹 任天池 (北京中医药大学中药学院 100029)

摘要 应用反相高效液相色谱法,以水-甲醇-冰醋酸(80:19:1)为流动相,测定心舒口服液中原儿茶醛含量。此法可做为该产品质量控制的检测方法。

关键词 原儿茶醛 HPLC

Quantitative Determination of Protocatechuic Aldehyde in Xinshu Oral Liquid by RP-TP-HPLC

Wang Jingzhu, Ren Tianchi (Beijing University of TCM, 100029)

Abstract: The determination of protocatechuic aldehyde by reversed phase HPLC was described. The separation can be achieved within 10min, employing a 30cm column packed with Delta Park C₁₈, using H₂O-MeOH-HAc(80:19:1) as a moving phase. The recovery and RSD were 98.9% and 1.67% respectively.

Key words: protocatechuic aldehyde, HPLC

心舒口服液是由丹参、黄芪、山楂、沙参等十味药组成,具有益气活血,滋阴通经之功,用于气阴两虚引起的心悸气短、口眼干涩

等症。为控制该产品的内在质量,可用丹参水溶性有效成分原儿茶醛作为指标。本文对口服液适当处理后,用 HPLC 法准确、快速地

测定了原儿茶醛的含量。

1 仪器与试药

Waters 高效液相色谱仪, 510 型泵, 490 型紫外检测器, 745 型数据处理仪。原儿茶醛(纯度 99.97%)购自中国药品生物制品检定所。所用试剂均为 AR 级。心舒口服液由本院附属东直门医院提供。

2 色谱条件

Dalta Park C₁₈ 色谱柱 (3.9mm × 30cm), 流动相为水-甲醇-冰醋酸 (80 : 19 : 1), 流速为 1.3ml/min, 检测波长 280nm, 柱温为室温。

3 实验方法与结果

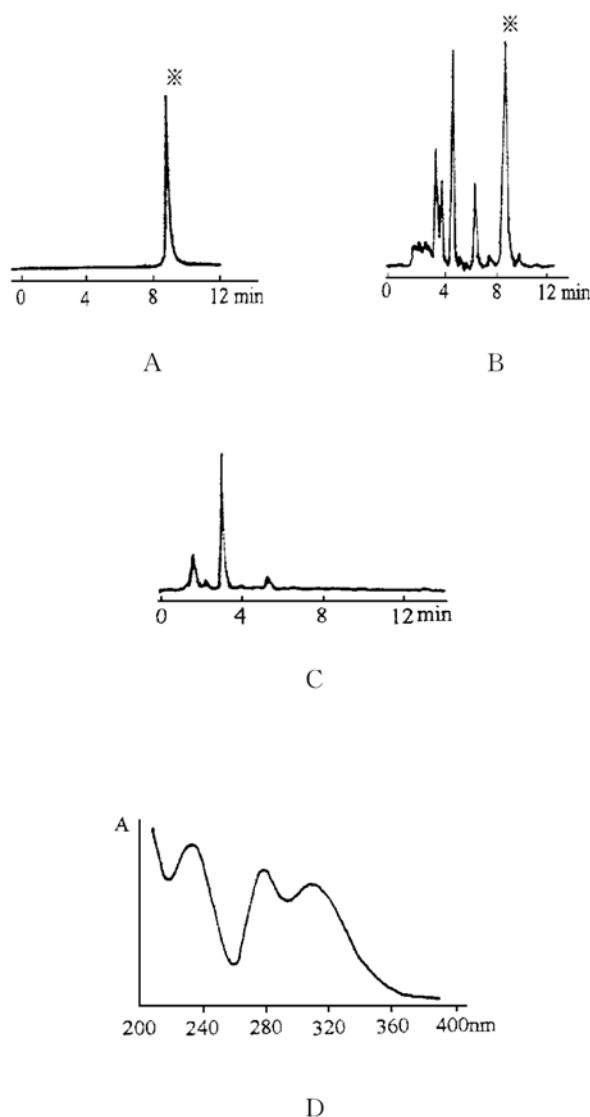
3.1 线性关系考察 精密称取原儿茶醛对照品 5.65mg, 用超纯水溶解并定容于 25ml 容量瓶中, 分别精密吸取 1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml, 用超纯水稀释并定容于 10ml 容量瓶中, 分别吸取 10 μ l 进样, 按上述色谱条件测定 ($n=3$), 以峰面积为纵坐标, 进样量 (μ g) 为横坐标绘制工作曲线。其回归方程为 $Y=23113.69x-2151.73$, $r=0.9994$ 。线性范围为 0.226~1.356 μ g。

3.2 供试品溶液的制备及测定 精密吸取口服液 10ml 至分液漏斗中, 用 1N HCl 调 pH 至 1~2, 分别用 10ml 乙醚萃取 5 次, 合并乙醚提取液, 回收乙醚, 并挥尽乙醚, 残渣用 50% 甲醇水溶液溶解并定容至 5ml, 用 0.5 μ 微孔滤膜过滤, 进样 10 μ l, 由回归方程计算含量。

3.3 仪器精密度实验 精密吸取对照品溶液 (浓度为 0.1356mg/ml) 10 μ l, 重复进样 5 次, 原儿茶醛峰面积积分值的 RSD 为 0.68%。

3.4 空白对照实验 除不加丹参外, 其它药按原处方制备, 并依照样品测定项下方法制备空白对照液并测定。结果表明, 在原儿茶醛出峰的时间, 无干扰峰存在。见附图。

3.5 回收率实验 精密吸取已测定含量的 960110 批口服液 10ml 共 5 份, 其中 3 份加入 0.5ml 浓度为 0.226mg/ml 的原儿茶醛标准



附图 A 原儿茶醛对照品色谱图 B 样品色谱图,
* 为原儿茶醛峰, 保留时间 8.38min

C 阴性液色谱图 D 原儿茶醛紫外光谱图

液, 另 2 份加入 0.6ml 同浓度的标准液, 按样品测定项下操作, 计算回收率, 结果见附表。

附表 回收率实验结果

样品中原儿茶醛量 (μ g)	加入对照品量 (μ g)	测得总量 (μ g)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
154.0	113.0	265.8	98.9		
154.0	113.0	266.4	99.5		
154.0	113.0	266.9	99.9	98.9	1.67
154.0	135.6	289.9	100.2		
154.0	135.6	284.3	96.1		

3.6 重复性考察 取 960110 批号样品按样品测定项下方法操作, 对其含量进行 6 次测定, 计算含量 (μ g/ml) 分别为 15.3, 15.9, 16.0, 14.9, 15.4, 15.1, $\bar{x}=15.4\mu$ g/ml, RSD 为 2.84%。

3.7 稳定性实验 取 960110 批号样品按样

品测定项下操作,每间隔 1.5h 进样一次,共进样 5 次,计算其含量($\mu\text{g}/\text{ml}$)分别为 15.7, 16.0, 14.8, 15.0, 14.5, RSD 为 4.1%,说明原儿茶醛在 7.5h 内基本稳定。

3.8 样品测定 按上法测定 4 批样品的含量($\mu\text{g}/\text{ml}$)分别为 15.4(960110 批), 13.8(960125 批), 15.5(960217 批), 14.8(960227 批)。

4 讨论

4.1 对照品纯度测定 精密称取原儿茶醛对照品 5.02mg,用超纯水溶解并定容于 5ml 容量瓶中。进样 10 μl ,按上述色谱条件测定,以峰面积归一化法计算,对照品纯度为 99.97%。

4.2 测定波长的选择 由原儿茶醛紫外光谱图(见附图)可见,在 280nm 处吸收值较

大,灵敏度较高。230nm 处虽吸收值很大,但处于紫外短波区,对试剂纯度等要求较高。因此,选择 280nm 为测定波长。

4.3 前处理方法 对丹参水溶性成分的测定多见于 HPLC 法对注射剂中原儿茶醛等的测定^[1~3]。对成分复杂的口服液需前处理再测定。实验表明,本文前处理方法是可行的。

参考文献

- 1 袁俊贤,朱立中. 中成药,1996,(1):15
- 2 温天明,秦胜利,马培,等. 中成药研究,1984,(6):11
- 3 盛景芬,徐晓华. 中成药研究,1987,(7):14

(收稿:1996-10-07)