

• 科研交流 •

高效液相色谱法测定清开灵冲剂中绿原酸的含量

徐玉玲 赵晓均 (哈尔滨一洲制药有限公司 哈尔滨 150076)

清开灵冲剂是以安宫牛黄丸为基础的一种改良制剂。1994 年被卫生部批准为新药。它是由板兰根、黄芩、金银花、珍珠母、水牛角等 11 味中药经过提炼加工而制成。其功能为清热解毒、镇静安神。本文采用 HPLC 法测定其中的绿原酸,可控制清开灵冲剂的质量。

1 仪器与药品

美国 RAININ 公司 Dynamax 高效液相色谱仪,SD-200 型泵,Dynamax UV-c 可见紫外检测器,HP-3395 数据处理机。甲醇北京化工厂优级纯,冰醋酸长春市化工试剂厂优级纯。绿原酸对照品中国药品生物制品检定所。清开灵冲剂哈尔滨一洲制药有限公司。

2 色谱条件

色谱柱大连化物所产 ODS 柱(0.5×20) cm。流动相甲醇:水:冰醋酸(20:80:1)。流速 1.2ml/min。检测波长 330nm^[1]。纸速 0.2cm/min。清开灵冲剂色谱图见附图。绿原酸的相对保留时间为 16.61min。

3 对照品纯度检查

取绿原酸对照品加 50% 甲醇溶液,配制成 0.453μg/μl 的溶液,精密量取该溶液 20μl,按上述色谱条件测定峰面积,除去溶剂峰后,用归一化法计算,得绿原酸对照品的平均含量为 99.3%,符合含量测定对对照品的要求。

4 标准曲线及线性范围

精密称取绿原酸对照品 6.25mg,置 100ml 容量瓶中,用 50% 甲醇溶液定容至刻度。取 2、4、6、8、10、12μl 分别进样,以进样量

为横坐标,峰面积为纵坐标,得回归方程 $Y = 70369.25x - 7755.5, r = 0.9981 (n = 6)$,进样量在 0.125μg~0.75μg 之间线性关系良好。

5 精密度测定

取“4”项下所制绿原酸 50% 甲醇液,在上述色谱条件下连续进样 6 次,每次 8μl,所得面积经计算 RSD 为 2.3%。

6 样品测定

取清开灵冲剂样品适量,置研钵中研成细粉。精密称取约 7g。置 100ml 容量瓶中,加 50ml 甲醇超声处理 5min,加水至刻度,继续超声处理 20min,冷却至室温,过滤,弃去初滤液,取续滤液测定。清开灵冲剂中绿原酸的含量为(0.2704,0.2829,0.2587)μg/g。

7 加样回收率的测定

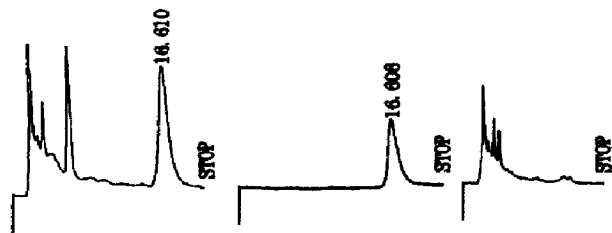
精密称取研碎后的清开灵冲剂细粉约 7g 6 份,其中 3 份加入“4”项下所制绿原酸的 50% 甲醇液 5ml,按样品测定项下方法处理,制成加样样品液,在相同色谱条件下进行测定。结果经计算其平均回收率为 101.3%,RSD 为 3.51%(n=9)。

8 稳定性测定

取“4”项下所制绿原酸 50% 甲醇液,在上述色谱条件下每隔 0.5h 进样测定 1 次,结果表明在 4h 内稳定。

9 小结

清开灵冲剂中绿原酸在 330nm 处有最大吸收,实验结果看出:样品中的成分得到了良好的分离,方法准确,稳定性好,可用于清开灵冲剂的质量标准检测。



附图 清开灵冲剂 绿原酸 金银花阴性对照

致谢 黑龙江省药品检验所李毅然老师的大力指导。

参考文献

- 1 何报作. 紫外光度法测定金银花中绿原酸含量的改进. 广西中医药, 1992, 15(10): 5

(收稿: 1997-06-20)