

泌炎通淋胶囊中绿原酸的 HPLC 测定

王隶书¹, 程东岩¹, 严玉清²

(1 吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021; 2 吉林省人民医院, 吉林 长春 130022)

摘要: 目的: 建立泌炎通淋胶囊中绿原酸的含量测定方法。方法: HPLC 法, 流动相: 乙腈- 1% 磷酸溶液(8: 92) 为流动相; 检测波长为 327nm; 柱温 30℃。结果: 绿原酸线性范围为 0.165μg~ 1.65μg, 平均回收率 99.1%, RSD 为 2.05%。结论: 方法可靠, 简单可行, 为控制泌炎通淋胶囊的内在质量提供了科学依据。

关键词: 泌炎通淋胶囊; 绿原酸; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.2 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)05-0010-02

泌炎通淋胶囊是我院研制的中药复方胶囊剂, 由金银花、石韦等 10 味中药组成, 具有清热解毒, 利

湿通淋之功效。金银花为处方中君药, 绿原酸为其有效成分之一, 其药理作用与本药的功能主治较吻合。为更好地控制本品的内在质量, 确保其临床疗

收稿日期: 2004-03-08

效稳定可靠,我们以高效液相色谱法测定了绿原酸的含量,为控制泌炎通淋胶囊质量提供了科学依据。

1 仪器与试药

岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪,紫外检测器;日立 U-3400 型分光光度计;绿原酸对照品,由中国药品生物制品检定所购入(供含量测定用);泌炎通淋胶囊,本院新药中心剂型研究室制备;所用试剂乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件的确定 ODS 柱(4.6mm × 150mm, 5μm),乙腈-1% 磷酸水溶液(8:92)为流动相;检测波长为 327nm;柱温 32℃。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 2000。在此条件下,绿原酸和样品中的其它物质可以得到良好的分离,而阴性液无干扰。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取绿原酸对照品 3.30mg,置 10mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀(每 1mL 中含绿原酸 0.33mg),精密量取 1mL,置 5mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得(每 1mL 中含绿原酸 66μg)。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 10 粒,倾出内容物,取约 0.2g,精密称定,置锥形瓶中,加 60% 乙醇 40mL 回流提取 1h(避强光),滤过,残渣加 60% 乙醇 10mL 分 2 次洗涤,洗液与滤液合并,移置 50mL 量瓶中,加 60% 乙醇至刻度,摇匀,即得。

2.4 线性关系的考察 精密吸取对照品溶液(0.33mg/mL) 0.1、0.2、0.4、0.6、1.0mL,分别置 2mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为系列对照品溶液。分别吸取上述五份系列对照品溶液各 10μL,按 2.1 项下色谱条件测定,以进样量(μg)为横坐标,峰面积积分值为纵坐标绘制标准曲线,回归方程: $Y=21122+1233712X$, $r=0.9999$ 。结果表明,绿原酸在 0.165μg~1.65μg 之间线性关系良好。

2.5 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 10μL,在上述同一色谱条件下,连续进样 6 次,测定 RSD=1.57%($n=6$),证明精密度良好。

2.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液在 0.2、4、6、8h 分别进样,进行测定,结果其 RSD=1.79%,可见供试品溶液中绿原酸在 8h 内含量稳定。

2.7 重复性试验 分别称取本品同一批号样品 6 份,按供试品溶液制备方法制备,依法进样测定,结

果 RSD=2.18%($n=6$),说明本方法重复性良好。
2.8 回收率试验 在已知含量的样品粉末中,定量加入一定量的绿原酸对照品,按供试品溶液制备方法制备,进样,测定,计算回收率,结果见表 1。

本方法平均回收率 99.1%,且 RSD<3%,说明本方法回收率良好。

2.9 样品的含量测定 分别精密吸取对照品溶液(66μg/mL)及供试品溶液各 5μL,注入液相色谱仪,测定,即得。依法测定 5 批样品,结果如表 2。

表 1 绿原酸回收率测定结果							
编号	样品 称量(g)	样品 原有 量(mg)	加入对 照品量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
1	0.2212	2.84	3.35	6.22	100.9	99.1	2.05
2	0.2284	2.93	3.49	6.41	99.7		
3	0.2139	2.74	3.44	6.11	98.0		
4	0.2271	2.91	3.27	6.10	97.6		
5	0.2120	3.72	3.38	6.16	101.8		
6	0.2286	2.93	3.54	6.35	96.6		

表 2 泌炎通淋胶囊中绿原酸的测定结果	
样品批次	绿原酸含量(mg/粒)
030505	3.65
030512	3.20
030605	2.88
030609	3.77
030711	3.03

3 讨论

3.1 曾比较甲醇及不同浓度的乙醇的提取效果,并对加热回流、超声处理及冷浸的提取率进行比较,结果表明 60% 乙醇加热回流提取效果最优,此法简单易行,重复性好,杂质干扰小,故被采用。

3.2 曾将样品用 60% 乙醇加热回流提取 0.5、1、1.5h,进样测定,结果提取 1h 绿原酸含量明显高于提取 0.5h,而提取 1.5h 绿原酸含量未见明显增加,故确定用 60% 乙醇加热回流提取 1h 为样品制备的最佳工艺。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 177.