

HPLC 测定黄栀花口服液中栀子苷

吴学军*

(湖南省脑科医院药剂科, 长沙 410015)

[摘要] 目的: 建立高效液相色谱法测定黄栀花口服液中栀子苷。方法: 采用 Kromasil C₁₈ 色谱柱, 流动相为甲醇-水 (62 :38), 检测波长为 238 nm, 流速 1.0 mL · min⁻¹, 柱温为 30℃。结果: 栀子苷在 5.44 ~162.84 μg · mL⁻¹ 范围内线性关系良好, $r=0.999\ 7$; 平均回收率为 98.4%, RSD 为 0.75% ($n=6$)。结论: 方法简便、准确、重复性好, 适用于黄栀花口服液的质量控制。

[关键词] 高效液相色谱法; 黄栀花口服液; 栀子苷

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010) 08-0067-02

Determination of Geniposide of Huangzhihua Oral Solution by HPLC

WU Xue-jun*

(Pharmacy Department of Hunan Provincial Brain Hosipital, Changsha 410015, China)

[Abstract] **Objective:** A HPLC method for the determination of Geniposide of Huang-Zhi-Hua oral solution was established. **Method:** The HPLC system consisted of methanol-water (62 :38) mixture as a mobile phase, detecting wavelength was set at 238 nm. The flow rate was 1.0 mL · min⁻¹ and column temperature was at 30 °C. **Result:** Geniposide was linear in the rang of 5.44 ~162.84 μg · mL⁻¹, $r=0.999\ 7$; the average recovery rate was 98.4% (RSD =0.75%) respectively. **Conclusion:** The method can be used in the quality control of Huang-Zhi-Hua oral solution.

[Key words] HPLC; Huangzhihua oral solution; geniposide

黄栀花口服液系由黄芪、栀子、金银花、大黄经过提取制成的口服液^[1]; 具有清肺泄热之功效; 用于小儿外感热症、小儿急性上呼吸道感染, 效果良好。栀子苷为方中主要有效成分之一, 为了更好地控制黄栀花口服液的质量, 保证临床用药安全有效, 本文在综合栀子苷测定方法^[2-4]的基础上采用高效液相色谱法测定黄栀花口服液中栀子苷的含量, 实验结果表明该方法简便、准确, 可以作为该制剂的主要控制方法。

1 仪器与试药

1.1 仪器 Agilent 1100 系列高效液相色谱仪包括

一组四元泵, 在线脱气装置, 二极管阵列(DAD) 检测器, Agilent 1100 化学工作站; SG3300 HP 超声波清洗器(上海冠特超声仪器有限公司); AG135 电子分析天平(Mettler Toledo)。

1.2 试剂与试药 栀子苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 4102200309, 供含量测定用); 黄栀花口服液(吉林黄栀花药业有限公司), 甲醇、乙腈为色谱纯, 购于 Sigma 公司, 水为本院自制二重蒸馏水。其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及色谱行为 Kromasil C₁₈ 柱(4.6 mm ×250 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-水(62 :38), 经 0.45 μm 微孔滤膜过滤; 流速 1.0 mL · min⁻¹; 检测波长 218 nm; 柱温 40 °C, 进样量 20 μL; 灵敏度 0.05 AUFS。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取经五氧化二磷

[收稿日期] 2010-01-20

[通讯作者] 吴学军, 主管药师, Tel: (0731) 85214354, 85232209, 13973160006, Fax: (0731) 85232210; E-mail: ni-ping98@126.com

减压干燥至恒重的栀子苷对照品 6.81 mg, 置于 25 mL 容量瓶, 用甲醇稀释配成浓度为 272.4 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的溶液, 于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存。使用时用甲醇稀释至所需浓度。

2.3 供试品溶液的制备 精密量取黄栀花口服液 2 mL, 置 50 mL 量瓶, 加甲醇 40 mL, 超声处理 15 min, 放冷至室温, 再加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

2.4 阴性样品溶液的制备 按处方比例和样品制备工艺制成不含栀子的阴性对照样品, 再按供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。黄栀花口服液和阴性样品色谱图见图 1。栀子苷的保留时间为 12.10 min。

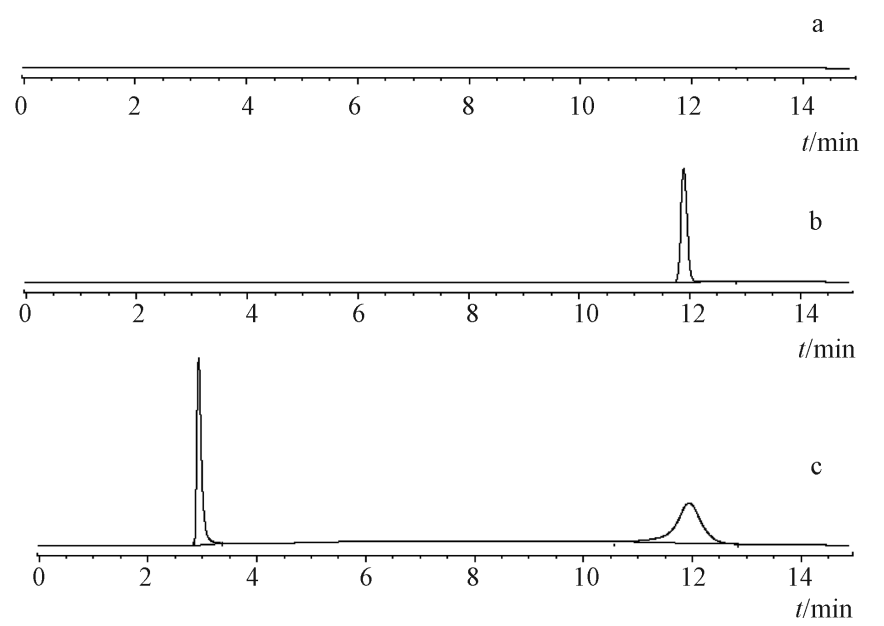


图 1 黄栀花口服液 HPLC 色谱图
a. 阴性对照品; b. 对照品; c. 样品

2.5 线性关系考察 精密称取栀子苷对照品适量, 分别配成 5.44, 16.32, 32.64, 65.28, 97.92, 130.56, 162.84 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液, 再分别取 20 μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图。以进样量对峰面积进行线性回归, 回归方程为 $Y = -1.81 \times 10^{-2} X + 0.372$, $r = 0.9997$ ($n = 5$), 栀子苷在 0.1088 ~ 3.2588 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验 对于同一份供试品连续进样 5 次, 按上述色谱条件测定, 以栀子苷峰面积计算, RSD 为 0.37%。

2.7 重复性试验 取同一批号样品内容物适量, 按 2.3 项下制备 5 份, 按上述色谱条件测定, 以栀子苷峰面积计算, RSD 为 0.61%。

2.8 稳定性试验 对于同一份供试品, 于 0, 2, 4, 8

h 进样, 结果栀子苷峰面积 RSD 为 1.32%。表明供试品溶液在 8 h 内基本稳定。

2.9 加样回收率试验 取已测定的同一样品 6 份, 精密称定, 加入对照品溶液适量, 按供试品溶液的制备方法制备, 按上述方法测定, 平均回收率为 98.4%, RSD 为 0.75%。

表 1 栀子苷回收率测定

样品中的 量 / mg	加入量 / mg	检出总量 / mg	回收率 / %	平均回收 率 / %	RSD / %
0.759	1.20	1.943	98.73		
0.762	1.20	1.926	97.07		
0.755	1.20	1.950	99.60		
0.763	1.00	1.749	98.64		
0.784	1.00	1.777	99.30	98.40	0.75
0.732	1.00	1.712	98.02		
0.737	0.80	1.518	97.67		
0.745	0.80	1.525	97.50		
0.766	0.80	1.559	99.14		

2.10 样品测定 取 3 批供试品, 按 2.3 项下制备, 按上述色谱条件测定, 结果 3 批黄栀花口服液中的栀子苷含量分别为 7.59, 7.63, 7.38 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

3 讨论

检测波长选择: 取栀子苷对照品溶液, 在 200 ~ 400 nm 波长范围内扫描。结果栀子苷在 238 nm 波长处有最大吸收, 故选择 238 nm 作为测定波长。

本文考察了超声提取时间对回收率的影响, 发现超声 15, 20, 30 min 时含量基本一致, 从节约成本及时间的角度确定超声提取时间为 15 min。

[参考文献]

[1] 陈向阳. 紫外分光光度法测定黄栀花口服液中黄芩苷的含量[J]. 中国药品标准, 2003, 4(1): 56.
[2] 余潇苓, 方翠芬, 祝明. 高效液相色谱法测定珍宝丸中栀子苷含量[J]. 中国药业, 2009, 18(5): 18.
[3] 苏晶, 杨惠莲, 冉海琳, 等. 反相高效液相色谱法测定越鞠片中栀子苷含量[J]. 中国药业, 2008, 17(22): 31.
[4] 王坤, 谢强胜. HPLC 法测定小儿退热颗粒中栀子苷的含量[J]. 中国医药导报, 2009, 6(25): 48.

[责任编辑 顾雪竹]