

## 含量测定结果(n=3)

| 批号       | HPLC 法(标示量%) | 微生物检定法(标示量%) |
|----------|--------------|--------------|
| 20000519 | 102.2        | 103.5        |
| 20010612 | 93.3         | 94.8         |
| 20020310 | 101.5        | 102.3        |

检出新霉素,但仅检出一个峰。经对色谱条件进行改进后,主峰后面还可分出一小峰,这两个峰在对照品和供试品中都可见,在无新霉素 C 对照品的情况下,我们根据有关资料[1]的说明,暂将该峰定为新霉素 C 的峰,将来有新霉素 C 对照品时再进一步验证。

2. 衍生剂浓度为样品摩尔浓度 50 倍到 500 倍之间都可以准确定量,低于 50 倍则衍生化不完全。

3. 本法试剂峰与主成分峰有很好的分离度,试

剂峰为前面四峰,不干扰主成分的检出。

4. 处方中的醋酸氢化可的松,在检测波长 365nm 处无吸收,不干扰测定。

5. 本法简单灵敏,适合于测定复方新霉素滴耳液中硫酸新霉素的含量。

## 参考文献

- [1] 安登魁. 药物分析. 第 1 版, 济南, 济南出版社, 1606
- [2] USP XXV 1723
- [3] 余江南、倪坤仪、田颂九. 两种 RP-HPLC 柱前衍生化快速测定核糖霉素方法的建立与比较. 中国药科大学学报, 1996, 27(1)
- [4] 刘玉波、苗慧珠等. 复方赖氨酸颗粒中盐酸赖氨酸的 HPLC 测定. 药物分析杂志, 1999, 19(6)
- [5] 余江南、倪坤仪、田颂九. 2,4-二硝基苯柱前衍生化反相快速 HPLC 测定核糖霉素. 中国抗生素杂志, 1994, 19(6)

## HPLC 法测定银翘解毒胶囊中绿原酸的含量

王静<sup>①</sup> 刘俐纯<sup>②</sup> 韦鲜花<sup>③</sup>

**摘要** 目的:测定银翘解毒胶囊中绿原酸含量。方法:采用 HPLC 法测定银翘解毒胶囊中绿原酸的含量。结果:绿原酸线性范围为 0.1321~1.889 $\mu$ g,平均回收率为 100.16%(RSD=1.76%)。结论:该方法准确、重现性好、简便、易行,可用于该制剂的质量控制。

**关键词** 银翘解毒胶囊;HPLC 法;绿原酸

## Determination of Chlorogenic Acid in Yinqiaojiadu Capsules by HPLC

Wang Jing<sup>①</sup>, Liu Lichun<sup>②</sup> Wei Xianhua<sup>③</sup> (①Xicheng District Institute for Drug Control, Beijing 100037; ②Jinzhou Institute for Drug Control; ③Huayi Pharmaceutical CO. LTD)

**Abstract** **Objective:** To determine the content of chlorogenic acid in Yinqiaojiadu Capsules. **Methods:** To establish a method using HPLC for determination of chlorogenic acid in Yinqiaojiadu Capsules. **Result:** A good linearity of chlorogenic acid was obtained in the range of 0.1321~1.889 $\mu$ g, the mean recovery 100.16%(RSD=1.76%). **Conclusion:** The results showed this method is accurate, reproducible, simple and easy to do. It can be used for the quality control of this drug.

**Key words** Yinqiaojiadu Capsules, HPLC, Chlorogenic Acid

银翘解毒胶囊是由金银花、连翘、薄荷等九味中药制成的中药制剂,具有辛凉解表,清热解毒的功效,临床用于风热感冒、发热头痛,咳嗽,口干,咽喉肿痛,疗效确切。银翘解毒胶囊为试行标准,其含量控制方法采用了薄层比色法测定绿原酸含量,方法繁琐,且误差大。为进一步提高其质量控制手段和方法的准确性,我们采用 HPLC 法对银翘解毒胶囊中

的绿原酸进行了测定。

## 一、仪器与试剂

美国 TSP P4000 型泵, Spectra Focus 型检测器, NC-2000 色谱工作站; 岛津 UV-2450 紫外分光光度计; 绿原酸对照品(含量测定用, 中国药品生物制品检定所); 甲醇为色谱纯, 其它试剂均为分析纯; 银翘解毒胶囊(华颐药业有限公司生产)。

## 二、色谱条件

色谱柱 Dikma C<sub>18</sub> (250mm×4.6mm, 5 $\mu$ m); 流动相: 甲醇—水—冰乙酸—三乙胺 (15:85:1:

①北京市西城区药品检验所 北京 100037  
②辽宁省锦州市药品检验所 锦州 121001  
③华颐药业有限公司 北京 100094

0.3), 流速: 1.0ml/min, 进样 10 $\mu$ l, 检测波长: 327nm。

在上述条件下, 绿原酸色谱峰与样品中甲醇提取液的其它组分色谱峰达到了基线分离; 在确定了上述色谱条件后, 经阴性对照实验, 结果阴性对照无干扰, 证明此分离条件可行。

### 三、实验与结果

#### 1. 对照品及样品溶液的制备

(1) 对照品溶液的制备 精密称取绿原酸对照品适量, 置棕色量瓶中, 加 50% 甲醇制成每 1ml 含 40 $\mu$ g 的溶液, 即得 (10 $^{\circ}$ C 以下保存)。

(2) 供试样品溶液的制备 取本品内容物 2g, 精密称定, 置 50ml 棕色量瓶中, 加 50% 甲醇适量, 超声处理 30 分钟使溶解, 放冷至室温, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 10ml, 置 25ml 棕色量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 取上清液过滤, 取续滤液作为供试样品溶液。

(3) 阴性对照样品溶液的制备 按处方中药味的比例, 分别自配不含金银花的群药, 按其工艺制成空白制剂, 再按供试品溶液制备方法制备并测定。

2. 线性关系考察 精密量取绿原酸对照品的 50% 甲醇溶液 (0.1321mg/ml) 1、3、5、7、9ml, 分别置 10ml 棕色量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取 10 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 记录峰面积, 以绿原酸对照品进样量 ( $\mu$ g) 为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 结果绿原酸在 0.1321~1.1889 $\mu$ g 范围内线性关系良好, 其回归方程为  $Y = 1.005 \times 10^7 X - 2.233 \times 10^5$ ,  $r = 0.9999$ 。

3. 精密度试验 分别精密量取同一样品溶液 10 $\mu$ l 重复进样 5 次, 绿原酸峰面积积分值的 RSD 为 0.85%。

4. 重复性试验 取批号为 0301001 的同一批样品, 按样品测定方法, 测定 6 次, RSD 为 1.16%。

5. 加样回收率试验 采用加样回收法, 取 5 份已知绿原酸含量的样品 (批号 0301001, 含量 1.5621mg/粒), 研细, 精密称取细粉约 1g, 置 50ml 量瓶中, 并分别精密加入绿原酸对照品 50% 甲醇溶

液 (0.6245mg/ml) 5ml, 加入 50% 甲醇适量, 依样品溶液的制备和测定项下方法测定, 结果绿原酸平均回收率为 100.16%, RSD 为 1.76%。

6. 样品的测定 分别取供试样品溶液及绿原酸对照品溶液注入液相色谱仪, 依照上述色谱条件测定峰面积, 按外标法计算。3 批样品测定结果见表 1。

表 1 3 批样品含量测定结果 (n=3)

| 测定成分 | 批 号          | 0301001 | 0301002 | 0301003 |
|------|--------------|---------|---------|---------|
| 绿原酸  | 绿原酸含量 (mg/粒) | 1.5621  | 1.8246  | 1.6763  |
|      | RSD (%)      | 0.79    | 1.25    | 1.02    |

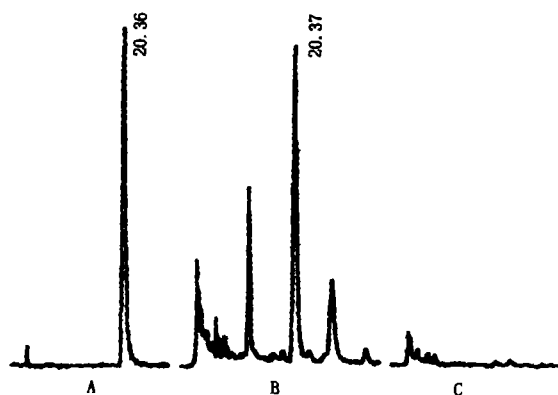


图 1 绿原酸对照品及样品的 HPLC

A. 绿原酸对照品 B. 样品 C. 空白对照品

### 四、讨论

1. 色谱条件的确定 HPLC 法测定绿原酸所用的流动相有多种, 最为常见的是甲醇—0.1% 磷酸溶液 (85:15), 曾试用不同比例的甲醇—磷酸溶液或甲醇—醋酸溶液的流动相测定本样品, 分离效果均不佳, 影响含量测定, 经过比较和考察, 确定了绿原酸的色谱条件和方法, 可使银翘解毒胶囊中绿原酸达到基线分离, 效果较好。

2. 制剂的质量控制 本文建立的方法简便, 专属性及重现性好, 结果准确可靠, 可用于该制剂的质量控制和分析。

### 参考文献

[1] 中华人民共和国药典[S]. 北京, 化学工业出版社, 2000, 177

## HPLC 色谱法测定救脑滴丸中人参皂苷 $R_{g1}$ 、 $R_{b1}$ 的含量

杜守颖 凌宇静 吴清 李云谷 (北京中医药大学 中药学院 北京 100102)

**摘要** 目的: 建立救脑滴丸中人参皂苷  $R_{g1}$ 、 $R_{b1}$  的含量测定方法。方法: 采用  $C_{18}$  柱 (10 $\mu$ m, 250mm $\times$ 4.6mm), 人参皂苷  $R_{g1}$  用乙腈-0.05% 磷酸 (1:3), 人参皂苷  $R_{b1}$  用乙腈-0.1% 磷酸 (33:67), 流速: 1.0ml/min, 检测波长: 203nm。结果: 人参皂苷  $R_{g1}$ 、 $R_{b1}$