

1. 816, 2. 036 ($n=2$)。

2.9 重现性试验

取批号为 020311 的供试品 6 份,照 2.8 方法测定含量,其平均含量为每粒含大黄素 2.016mg, RSD 为 1.89%。

表 1 回收率试验结果 ($n=6$)

Tab 1 The result of recovery test ($n=6$)

吸收度 积分值	取样量 (g)	样品中大黄 素量 (mg)	加入对照 品量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
37791.350	0.1847	0.6258	0.63	1.2426	97.90		
37530.490	0.1838	0.6227	0.63	1.2310	96.56		
38501.110	0.1914	0.6485	0.63	1.2738	99.25	97.36	1.40
37523.760	0.1847	0.6258	0.63	1.2308	96.03		
37831.600	0.1842	0.6241	0.63	1.2442	98.43		
37058.280	0.1787	0.6054	0.63	1.2102	96.00		

3 讨论

在本制剂中虎杖为君药,而大黄素是虎杖中的主要有效成分,因而选择虎杖中大黄素作为该药的定量指标。虎杖的 TLC 选择两次展开的方法,因一次展开后板面的溶剂效应较

2.10 加样回收率试验

取批号为 020311 的供试品约 0.175g,精密称定,共称 6 份,确加入大黄素对照品溶液 (0.21mL) 3.0mL,照“2.2”方法测定其中大黄素含量。计算回收率结果见表 1。

强,大黄素斑点不齐且拉得较长,而两次展开后的分离效果好,斑点圆整,易于扫描测定。

收稿日期:2005-12-04

高效液相色谱法测定银黄灌洗液中绿原酸的含量

徐江红¹,金克宁²,熊跃³ (1.解放军第 94 医院,南昌 330002; 2.南昌铁路中心医院,南昌 330003; 3.江西省南昌第二医院,南昌 330003)

摘要:目的 建立高效液相色谱法测定银黄灌洗液中绿原酸的含量。方法 采用反相 μ Bondapak C₁₈ 色谱柱;流动相为甲醇-水-冰醋酸 (18:82:1);测定波长为 327nm;外标法定量。结果 绿原酸在 0.064~0.320 μ g 范围内线性关系良好 ($r=0.9998$),平均回收率为 97.98% (RSD=1.25%, $n=5$)。结论 该方法简便、可靠、准确,可用于该制剂的质量控制。

关键词:高效液相色谱;银黄灌洗液;绿原酸;含量测定

中图分类号:R917.720.1 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2006)04-0318-02

Determination of chlorogenic acid in Yinhuang lotions by HPLC

XU Jiang-hong¹, JIN Ke-ning², XIONG Yue³ (1. 94th Hospital of PLA, Nanchang 330002, China; 2. Nanchang Central Hospital of Railway, Nanchang 330003, China; 3. Nanchang Second Hospital of Jiangxi Province, Nanchang 330003, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To establish an HPLC method for determination of chlorogenic acid in Yinhuang lotions. METHODS μ Bondapak C₁₈ column was used as the stationary phase and methanol-water-acetic acid (18:82:1) as mobile phase, the detective wavelength was 327nm, the contents were calculated by external standard method. RESULTS The method proved to be linear over the range of 0.064~0.320 μ g ($r=0.9998$). The average recovery of the assay was 97.98% (RSD=1.25%, $n=5$). CONCLUSION The method appeared to be simple, reliable, accurate and can be used for quality control of the preparation.

KEY WORDS: HPLC; Yinhuang lotions; chlorogenic acid; determination

银黄灌洗液是我院临床验方,由金银花、黄芪、白芷、川芎、白术等 10 味中药组成,具有清热解毒,益气生肌,消肿排脓,活血止痛功效,临床用于化脓性骨关节感染等症。为了制订制剂质量标准,参考有关文献^[1-3],采用反相 HPLC 法,

对方剂中君药金银花中绿原酸建立了含量测定方法。该方法快速、简便、准确。

1 仪器与试剂

美国 Waters HPLC 系统,包括 510 泵,486 紫外检测器,

中国现代应用药学杂志 2006 年 8 月第 23 卷第 4 期

U6K进样阀;千谱软件有限公司提供的 HW - 2000 色谱工作站。绿原酸对照品由中国药品生物制品检定所提供 (批号: 110753-200212), 甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其余化学试剂均为分析纯, 银黄灌洗液为本院自制。

2 方法和结果

2.1 色谱条件

色谱柱: μ Bondapak C₁₈ (3.9mm \times 300mm, 10 μ m), 流动相: 甲醇-水-冰醋酸 (18:82:1); 柱温: 室温; 测定波长: 327 nm; 流速 0.9 mL/min; 进样量: 10 μ L。

2.2 系统适用性试验

按上述色谱条件, 绿原酸保留时间为 17.63 min, 以绿原酸峰计算色谱柱的理论塔板数大于 1500, 与相邻峰分离度大于 1.5。

2.3 供试溶液的制备

对照品溶液的制备: 精密称取绿原酸对照品 6.4 mg, 置 100 mL 棕色量瓶中, 加 50% 的甲醇定容, 摇匀, 精密量取 5 mL, 置 10 mL 棕色量瓶中, 加 50% 的甲醇定容, 摇匀, 即得。

样品供试品溶液的制备: 精密量取样品液 1 mL, 置 100 mL 棕色量瓶中, 加 50% 的甲醇定容, 摇匀, 静置, 取上清液, 即得。

阴性对照溶液的制备: 取不含金银花的处方量药, 同法制备阴性对照溶液。

2.4 线性关系考察

分别精密量取绿原酸对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10 μ L, 进样, 记录色谱图, 以峰面积为纵坐标, 绿原酸对照品的量为横坐标, 进行线性回归, 得出回归方程为: $A = 2.8852C - 5.4804$, $r = 0.9998$, 线性范围为 0.064 ~ 0.320 μ g。

2.5 加样回收率试验

精密量取批号为 20040520-1 的银黄灌洗液 0.5 mL, 共 6 份, 分别置 100 mL 棕色容量瓶中, 再分别精密加入含量为 1.05 mg/mL 的对照品溶液 1 mL, 用 50% 甲醇溶液稀释至刻度, 按上述色谱条件, 进样 10 μ L, 记录色谱图, 测得绿原酸的量, 计算回收率, 结果绿原酸的平均加样回收率为 97.32%, $RSD = 1.05\%$ 。

2.6 精密度试验

取绿原酸对照品溶液, 按上述色谱条件, 重复进样 6 次, 记录绿原酸峰面积, 结果 $RSD = 0.58\%$ 。

2.7 重现性试验

取同一批号样品 6 份, 分别按上述方法测定, 结果绿原酸的 $RSD = 0.93\%$ 。

2.8 稳定性试验

取供试液 1 份, 放置 2, 8, 12, 16, 18, 24, 48 h 后, 按上述方法分别测定, 结果 $RSD = 1.05\%$, 表明本试验方法 48h 内测定稳定。

2.9 样品测定

取不同批号的样品 3 份, 按“样品供试品溶液的制备”项下制备进样样品, 按上述色谱条件测定, 每样 5 份, 结果见表 1。

表 1 银黄灌洗液中绿原酸含量测定结果 ($n = 5$)

Tab 1 The contents chlorogenic acid in Yinhuang lotions ($n = 5$)

样品批号	绿原酸含量 (mg/mL)	RSD (%)
20040520-1	2.13	0.85
20040520-2	3.01	0.73
20040520-3	2.75	0.90

3 讨论

3.1 测得本品含量平均值为 2.63 mg/mL, 定含量下限为 85.0%, 计算得 2.235 mg/mL, 故可暂定本品每 1 L 含金银花以绿原酸计, 不得低于 2.20 g。

3.2 采用高效液相色谱法测定绿原酸, 流动相有乙腈-水-冰醋酸、甲醇-水-冰醋酸系统, 因甲醇的毒性相对较小且价廉, 故选择后者。加入冰醋酸的目的是为了改善峰形。

3.3 测定结果表明, 本法回收率好, 精密度、重现性高, 样品处理简便, 分析快速的优点。

参考文献

- [1] 中国药典. 2000 年版一部 [S]. 2000: 177.
- [2] 赵陆化. 高效液相色谱法分析中药成分手册 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994: 416.
- [3] 李文莉, 汪文涛, 曹湘萍, 等. 高效液相色谱法测定脉络宁注射液绿原酸的含量 [J]. 中国药学杂志, 2003, 38(3): 210.

收稿日期: 2005-06-01

蒲公英合剂的质量标准研究

陈锋, 何冰冰, 杨晓红* (浙江中医学院附属新华医院药剂科, 杭州 310005)

摘要: 目的 建立蒲公英合剂的质量标准。方法 采用薄层色谱法对蒲公英合剂中主药之一的蒲公英进行定性鉴别, 并用紫外分光光度法对蒲公英合剂中的有效成分总黄酮的含量进行测定。结果 蒲公英色谱分离良好, 斑点清晰可见; 总黄酮含量在 2.160

作者简介: 陈锋, 女, 1963 年 2 月出生, 1983 年 7 月毕业于浙江医科大学药学系, 现为副主任药师。

*杨晓红, 浙江省中医学院实习生。