

# 高效液相色谱法测定抗感颗粒中绿原酸的含量

迟芳振<sup>1</sup>, 刘婷<sup>2</sup>

(1. 山东省烟台市药品检验所, 264000; 2. 山东省烟台药材采购供应站, 264000)

**[摘要]** 目的 采用高效液相色谱法测定抗感颗粒中绿原酸的含量。方法 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 色谱柱为 VP-ODS C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 乙腈-0.4% 磷酸溶液(16: 84) 为流动相, 流速 1.0 mL · min<sup>-1</sup>, 检测波长 327 nm。结果 绿原酸进样量在 0.12 ~ 0.96 μg 范围内与峰面积具有良好的线性关系,  $r = 0.999\ 8$ , 平均回收率 99.65%, RSD = 1.36% ( $n = 6$ )。结论 该方法操作简便, 精密度好, 结果准确可靠, 适用于抗感颗粒中绿原酸含量的测定。

**[关键词]** 抗感颗粒; 绿原酸; 色谱法, 高效液相

**[中图分类号]** R286; R927.2

**[文献标识码]** A

**[文章编号]** 1004 - 0781(2011) 04 - 0512 - 02

抗感颗粒由金银花、赤芍、绵马贯众组成。《中华人民共和国药典》2010 年版中仅对赤芍中的芍药苷进行含量检测<sup>[1]</sup>, 而作为主药的金银花未进行含量检测, 为确保该产品的疗效及有效控制产品质量, 笔者采用高效液相色谱(HPLC)法对绿原酸进行含量测定<sup>[2-5]</sup>, 该方法操作简单, 精密度好, 结果准确可靠。

## 1 仪器与试剂

Agilent 1200 型高效液相色谱仪, 绿原酸对照品(含量测定用, 中国药品生物制品检定所, 批号: 110753-200413); 乙腈、甲醇均为色谱纯, 磷酸为分析纯, 水为纯化水; 抗感颗粒(烟台渤海制药有限公司生产, 批号: 091034, 091136, 191220, 每袋 10 g, 相当于含金银花、赤芍各 7 g, 绵马贯众 2.33 g)。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 色谱柱为 VP-ODS C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-0.4% 磷酸溶液(16: 84); 流速为 1.0 mL · min<sup>-1</sup>; 检测波长为 327 nm; 检测温度为室温; 理论塔板数以绿原酸计算不低于 1 000。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取绿原酸对照品适量, 加 50% 甲醇溶解制成每毫升含绿原酸对照品 60 μg 的溶液, 即得, 10 °C 以下保存。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品 5 袋, 研细, 称取 1.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加 50% 甲醇 50 mL, 称定质量, 超声处理(功率 250 W, 频率 35 kHz) 30 min, 放冷, 再称定质量, 用 50% 甲醇补足减失质量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5 mL, 置 25 mL 棕色量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

**2.4 阴性对照溶液的制备** 按处方取缺金银花的其他各药物, 按处方工艺制备, 制得阴性对照品溶液。照供试品的测定方法进行测定, 结果表明, 其他组分对绿原酸的测定无干扰。

**2.5 线性关系考察** 分别精密吸取绿原酸对照品溶液(0.12 mg · mL<sup>-1</sup>) 1, 2, 4, 6, 8 mL, 分别置于 10 mL 棕色量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀。分别精密吸取稀释液 10 μL, 按供试品项下实验方法, 分别注入液相色谱仪。以对照品的进样量( $X, \mu\text{g}$ ) 对峰面积( $Y$ ) 进行线性回归, 回归方程为:  $Y = 2.90 \times 10^5 X - 5.77$ ,  $r = 0.999\ 8$ 。结果表明绿原酸进样量在 0.12 ~ 0.96 μg 范围内与峰面积具有良好的线性关系。

**2.6 精密度实验** 取对照品溶液连续进样 5 次, 峰面积积分值的 RSD 为 0.91%。

**2.7 重复性实验** 取样品 1 批, 平行制备 5 份供试品溶液, 分别按“2.3”项下方法测定含量, 测定结果的 RSD 为 0.86%。

**2.8 稳定性实验** 取供试品 1 份, 在 0.5, 1.0, 4.0, 8.0 h 分别按供试品项下方法实验, 结果 RSD 为 0.92%, 实验表明在 8 h 内供试品溶液稳定。

**2.9 回收率实验** 精密称取已知含量的供试品 6 份(各约 0.7 g), 精密称定, 各精密加入适量绿原酸对照品溶液(0.55 mg · mL<sup>-1</sup>), 依供试品溶液制备法进行提取及含量测定, 计算回收率, 结果平均回收率为 99.65%, RSD = 1.36%。见表 1。

表 1 绿原酸加样回收实验结果 mg

原有量	加入量	测得量	回收率/%
7.11	7.15	14.18	98.88
6.99	7.15	14.01	98.18
7.21	7.15	14.30	99.16
7.12	7.15	14.20	99.02
7.23	7.15	14.45	100.98
7.00	7.15	14.27	101.68

**[收稿日期]** 2010 - 05 - 21 **[修回日期]** 2010 - 07 - 02

**[作者简介]** 迟芳振(1964 -), 男, 山东烟台人, 副主任中药师, 学士, 从事药品检验、新产品开发。电话: (0) 13181623316, E-mail: chifangzhen@163.com。

**2.10 样品的含量测定** 取本品 3 个批号,按“2.2”和“2.3”项下方法制备溶液,精密吸取供试品溶液与对照品溶液各 10  $\mu\text{L}$ ,注入高效液相色谱仪,结果批号为 091034,091136,091220 的绿原酸含量分别为每袋 101.22,100.07,102.12 mg。

### 3 讨论

本实验的提取及含量测定应于当天完成,实验证明若提取后超过 24 h 测定含量,绿原酸的含量会偏低。

笔者在本实验曾采用 Agilent Extend  $\text{C}_{18}$  色谱柱,大连依利特  $\text{C}_{18}$  色谱柱,Dikma Diamonsil  $\text{C}_{18}$  色谱柱,均为(4.6 mm  $\times$  250 mm,5  $\mu\text{m}$ ),结果不同厂家色谱柱对测定结果影响不大。

本方法的阴性对照品在与绿原酸对照品的吸收峰处无干扰峰,方法简单,重复性好,可以作为抗感颗粒

的质量标准,建议在以后的标准修订中,增加绿原酸的含量测定,以提高该药品的质量检测水平。

[DOI] 10.3870/yydb.2011.04.039

#### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部) [M]. 北京: 中国医药科技出版社,2010: 759-760.
- [2] 唐德智. 高效液相色谱法测定银桔利咽含片绿原酸含量 [J]. 医药导报,2010,29(2): 255-256.
- [3] 李志浩,朱雪松,郑芳,等. 反相高效液相色谱法测定神农香菊绿原酸含量 [J]. 医药导报,2009,28(11): 1504-1505.
- [4] 迟芳振,侯爱荣. 复方鱼腥草片中绿原酸的含量测定 [J]. 中国药师,2009,12(9): 1326.
- [5] 袁才琼,邱海蕴,康红英. 高效液相色谱法测定桑菊感冒片中绿原酸的含量 [J]. 中国医院药学杂志,2010,30(4): 348-349.

## 高效液相色谱法测定参蛭活血胶囊中黄芪甲苷的含量

姜志远<sup>1,2</sup>,刘世萍<sup>3</sup>,马妍妍<sup>3</sup>

(1. 黑龙江中医药大学药学院,哈尔滨 150040; 2. 黑龙江省智诚医药科技有限公司,哈尔滨 150060; 3. 哈尔滨医科大学附属第一医院药学部,哈尔滨 150001)

**[摘要]** 目的 建立参蛭活血胶囊的质量控制方法。方法 采用高效液相色谱法, Diamonsil  $\text{C}_{18}$  色谱柱(200 mm  $\times$  4.6 mm,5  $\mu\text{m}$ ); 流动相: 乙腈-水(30: 70); 流速 1.0 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, 蒸发光散射检测器, 漂移管温度 40  $^{\circ}\text{C}$ 。结果 黄芪甲苷在 0.921 6~18.432 0  $\mu\text{g}$  范围内峰面积与进样量线性关系良好( $r=0.999\ 9, n=6$ ); 回收率为 97.28%, RSD 为 0.97%。结论 该方法简便、准确、重复性好,可用于参蛭活血胶囊的质量控制。

**[关键词]** 参蛭活血胶囊; 黄芪甲苷; 色谱法, 高效液相; 蒸发光散射检测器

**[中图分类号]** R286; R927.2

**[文献标识码]** A

**[文章编号]** 1004-0781(2011)04-0513-03

参蛭活血胶囊是由西洋参、黄芪、水蛭、三七、土鳖虫等中药材组成的复方制剂,具有益气、活血、通络之功效。临床用于卒中后遗症属气虚血瘀所致的半身不遂或麻木、口眼歪斜、语言不利者。参蛭活血胶囊原标准的含量测定项为薄层扫描法,笔者以黄芪甲苷作为定量指标,建立高效液相色谱(HPLC)法测定黄芪甲苷。由于黄芪甲苷在紫外区无明显的吸收,过去黄芪甲苷多采用薄层扫描的方法来定量,该方法的精密度

和重复性均较差。笔者通过引入蒸发光散射检测器(EISD),采用 HPLC-EISD 法对其进行质量控制,结果表明此法准确,精密度、重复性好,回收率高,阴性对照显示制剂中其他成分对黄芪甲苷的测定无干扰,可作为该制剂含量测定的指标。

### 1 仪器与试剂

**1.1 仪器** 高效液相色谱仪: 日本岛津 LC-40ATvp 溶剂输送泵; 蒸发光散射检测器: SEDEX75(法国); XWK-3A 空气泵(天津市分析仪器厂), SartoriusAGME253S 电子分析天平(德国,赛多利斯)。

**1.2 试剂** 参蛭活血胶囊及其阴性样品(黑龙江省智诚医药科技有限公司自制),黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号:0781-200311)。乙腈为色谱级(美国 Tedia 公司),其他试剂均为分析纯,水为纯化水。

**[收稿日期]** 2010-07-01 **[修回日期]** 2010-09-06

**[作者简介]** 姜志远(1973-),男,黑龙江哈尔滨人,主管药师,学士,从事新药研究工作。电话:(0)13804578096, E-mail: zhongyao150001@126.com。

**[通讯作者]** 刘世萍(1974-),女,黑龙江哈尔滨人,主管药师,硕士,从事药品分析及质量控制工作。电话: 0451-86817723-8902, E-mail: shipingliu@sina.com。