

高效液相色谱法测定口炎清颗粒中绿原酸含量

梅林¹,袁英²,胡承波¹

(1. 重庆大学化学化工学院,重庆 400044; 2. 四川省合江县卫生防疫站,四川 合江 646200)

摘要:目的 建立控制口炎清颗粒质量的方法。方法 采用高效液相色谱法(HPLC法),色谱柱为Zorbax RP-C₁₈柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-0.4%磷酸(13:87, V/V),流速为0.5 mL/min,波长为300 nm。结果 绿原酸质量浓度线性范围为0.055~2.75 μg/mL,方法加样平均回收率为100.3%,RSD为1.79%(n=6)。结论 该方法准确可靠,可用于口炎清颗粒的质量控制。

关键词: 金银花,绿原酸,高效液相色谱法

中图分类号:R284.1;R286.0

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2007)05-0015-01

Determination of Chlorogenic Acid in Kouyanqing Granules with HPLC

Mei Lin¹, Yuan Ying², Hu Chengbo¹

(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Chongqing University, Chongqing, China 400044;

2. Hygiene and Antiepidemic Station of Hejiang County, Sichuan Province, Hejiang, Sichuan, China 646200)

Abstract: Objective To establish the method of controlling the quality of Kouyanqing granules. Methods High performance liquid chromatography (HPLC) was used. Column was Zorbax RP-C₁₈ chromatography column (150 mm×4.6 mm, 5 μm); mobile phase was acetonitrile-0.4% phosphonic acid (13:87, V/V); flow rate was 0.5 mL/min; λ=300 nm. Results The linear range of chlorogenic acid concentration was 0.055-2.75 μg/mL, the average recovery rate was 100.3%, RSD was 1.79% (n=6). Conclusion The method is simple, stable and accurate, so it can be used to control the quality of Kouyanqing granules.

Key words: Flos Lonicerae; chlorogenic acid; HPLC

口炎清颗粒由天冬、麦冬、玄参、金银花、甘草等中药精制而成,具有滋阴清热、解毒消肿的功效,主治阴虚火旺所致的口腔炎症。绿原酸是制剂中金银花的主要药效成分之一^[1],为控制其产品质量,笔者采用高效液相色谱法(HPLC法)测定其中绿原酸的含量,报道如下。

1 仪器和试剂

Agilent 1100型液相色谱仪(UV检测器);KQ2200型超声波清洗器(昆山市超声波仪器有限公司);pHS-3C型精密pH计(上海雷磁精密仪器厂)。绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号为120631-200412);口炎清颗粒(广州白云山和记黄浦中药有限公司,批号为D6A002, D6A003, D6A005, 10 g/袋);乙腈、甲醇、磷酸为分析纯,水为纯净水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

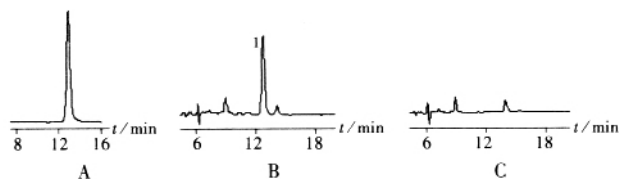
色谱柱 Zorbax RP-C₁₈柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-0.4%磷酸(13:87, V/V);流速:0.5 mL/min;波长:300 nm。

2.2 溶液制备

精密称取绿原酸对照品适量,置棕色量瓶中,加甲醇溶解定容,制成质量浓度为550 μg/mL的溶液,用流动相稀释为0.055, 0.1375, 0.275, 0.55, 1.1, 2.25 μg/mL等质量浓度的溶液,作为对照品溶液。取样品1袋(10 g),置具塞锥形瓶中,精密加入50%甲醇40 mL,称定质量,超声处理1 h,放冷,再称定质量,用50%的甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,再用流动相稀释定容,即得供试品溶液。

2.3 方法学考察

阴性对照试验:取处方中除金银花外的其他药材,按相同的制



1. 绿原酸
A. 绿原酸对照品溶液 B. 口炎清颗粒溶液 C. 阴性对照品溶液
图1 口炎清颗粒高效液相色谱图

备工艺制成阴性对照品,按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。取供试品、对照品及阴性对照品溶液进样测定,结果见图1。表明阴性对照品溶液在绿原酸保留时间位置无干扰。

线性关系考察:分别吸取系列质量浓度的对照品溶液,进样检测,获得绿原酸标准工作曲线 $Y = 126\,947X + 1\,662.3$, $r = 0.999\,9$ 。结果表明其线性范围为0.055~2.75 μg/mL,检测限为0.0025 μg/mL(按 $S/N = 3:1$ 计)。

精密度试验:取对照品溶液(0.55 μg/mL)重复进样5次,测定绿原酸含量。结果其RSD < 2.0% (n=5)。

稳定性试验:取同一供试品(批号为D6A002),依法在0, 4, 8, 16, 24, 48 h时进样测定绿原酸含量。结果其RSD为1.47%,表明供试品在48 h内基本稳定。

重现性试验:精密称取同一批号样品5份,分别按供试品溶液制备,依法测定绿原酸的含量。结果其RSD为0.79% (n=5)。

加样回收试验:取已知绿原酸含量的颗粒5袋,在其中精密加入一定量的绿原酸对照品,按供试品溶液制备方法制备待测溶液,依法测定绿原酸的含量,结果见表1。

2.4 样品含量测定

将用口炎清颗粒制成的供试品溶液,按上述色谱条件进样分析,结果见表2。3批样品中绿原酸的平均含量为10.11 mg/袋。

3 讨论

试验结果表明,该方法测定口炎清颗粒中绿原酸的含量,具有方法简便、灵敏、结果稳定、准确等优点,可作为其质量控制标准。

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:化学工业出版社, 2005:152-153.

(收稿日期 2006-09-02;修回日期 2006-12-06)