

口炎清颗粒(无糖型)中绿原酸的含量测定

罗杰, 杨东升, 欧阳慧芳, 王德勤

(广州白云山中药厂, 广东广州 510515)

口炎清颗粒(无糖型)是以金银花、玄参、麦冬、天冬、甘草 5 味药材组成的复方制剂, 具有滋阴清热, 解毒消肿, 对阴虚火旺所致的口腔炎症有良好的效果。为了对本制剂的工艺生产和成品进行控制, 对其主要成分金银花中绿原酸^[1]制定含量测定, 采用反相高效液相色谱法^[2,3], 具有分离度好, 简便、快捷、可靠。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪 HP 1100 DAD 检测器。绿原酸对照品(含量测定用, 中国药品生物制品检定所, 批号 753-9205)。口炎清颗粒(无糖型, 广州白云山中药厂研究所)。乙腈(色谱纯)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 hypersil C₁₈柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 流动相乙腈-0.04% 磷酸溶液(13: 87), 测定波长 327 nm。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取绿原酸对照品适量, 置棕色瓶中, 加 50% 甲醇制成每 1 mL 含 25 μg 的溶液, 即得(10 °C 以下保存)。

供试品溶液的制备 取本品 10 g, 研细, 取约 0.5 g, 精密称定, 加入 50% 甲醇 40 mL, 放置 15 min, 振摇, 摇匀, 滤过, 用 50% 甲醇洗滤并定容至 50 mL 作为供试品溶液。

空白样品溶液的制备 取缺金银花的空白样品约 0.5 g, 照供试品溶液的制备方法制备。

2.3 空白实验 取金银花对照品溶液、样品溶液、空白对照样品溶液按实验方法进行高效液相色谱测定, 结果: 空白对照色谱中无绿原酸峰, 空白对照无干扰。

2.4 线性试验 取绿原酸对照品溶液(0.036 24 g · L⁻¹), 分别进样 2, 3, 4, 5, 6, 7 μL 按试验方法项下的色谱条件测定。以绿原酸进样量(μg)为横坐标, 色谱峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 结果表明, 绿

原酸在 0.072 5~ 0.254 μg, 其进样量与色谱峰面积呈良好线性。回归方程: $Y = 111.1X + 3.933$, $r = 0.9992$ 。

2.5 稳定性试验 取样品按含量测定项下的色谱条件测定其峰面积, 每隔 1 h 测 1 次, 连续测定 7 次, 测定结果表明样品在 6 h 内稳定。

2.6 精密度试验 取绿原酸对照品溶液(0.025 74 g · L⁻¹), 进样 6 次, 按上述实验方法项下的色谱条件测定, RSD = 0.37%。

2.7 重现性实验 取样品(批号 020326) 6 份, 按含量测定项下的方法分别测定, 计算含量的 RSD = 1.7%, 本方法具有良好的重现性。

2.8 回收率试验 取已测定含量的供试品约(批号 020618, 1.87 mg · g⁻¹) 0.25 g, 5 份, 精密称定, 精密加入 2 mL 绿原酸对照品溶液(0.231 1 g · L⁻¹), 按上述供试品溶液制备方法制备和测定, 结果见表 1。

表 1 口炎清颗粒(无糖型)中绿原酸的回收率实验

取样量 / g	样品含量 / mg	测得量 / mg	回收率 / %	平均值 / %	RSD / %
0.251 2	0.469 7	0.914 3	96.2		
0.267 3	0.499 9	0.956 1	98.7		
0.253 2	0.473 5	0.937 1	100.3	98.9	2.7
0.259 6	0.485 5	0.932 0	96.6		
0.249 7	0.466 9	0.942 0	102.8		

结果表明: 本测定方法绿原酸的平均回收率为 98.9%, 基本符合要求。

3 样品的测定

取样品 10 批批号分别为 020103, 020104, 020113, 020114, 020115, 020411, 020619, 020620, 020705, 020706, 照含量测定法进行绿原酸含量测定, 结果分别为每包 4.59, 4.86, 5.25, 4.36, 5.39, 4.44, 5.48, 4.58, 5.10, 4.40 mg。

4 讨论

口炎清颗粒(无糖型)含量测定, 样品的提取考察了超声提取, 热回流提取及冷浸法提取, 实验表明超声条件对绿原酸有影响, 超声时间越长, 绿原酸测

[收稿日期] 2003-02-15

[通讯作者] Tel: (020) 87202975 E-mail: qaz-9898@163.com

得量越低。加热回流提取,绿原酸测得量更低;采用冷浸法提取,绿原酸测得量最高。浸泡 15 min, 振荡, 样品全部溶解。冷浸法简单快捷, 对提取热敏感的绿原酸更为合理。

[参考文献]

- [1] 王宝. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京: 中国医药科技出版社, 1994. 611.
- [2] 孙立华, 李红兵. 高效液相色谱法测定苦甘冲剂中绿原酸的含量. 中国药业杂志, 2002, 11(10): 53.
- [3] 中国药典. 一部. 2000. 177.

[责任编辑 李 禾]

亮叶猴耳环叶中槲皮苷的 HPLC 测定

许有诚, 宋晓岚, 陶宙

(广西药品检验所, 广西南宁 530021)

豆科植物亮叶猴耳环 *Pithecellobium lucidum* Benth., 又名亮叶围涎树、钻地龙, 广泛分布于广西区内, 有消肿之功, 主治风湿痛, 跌打, 火烫伤^[1]。其化学成分研究及含量测定未见报道, 经化学成分预测, 其叶含有较丰富的黄酮类成分。文献报道其他药材中的槲皮素含量测定方法有紫外分光光度法^[2]、薄层扫描法^[3]、超临界流体色谱法^[4]、高效液相色谱法^[5], 本文采用 RP-HPLC 测定其槲皮苷含量, 操作简便, 分离效果佳, 理论板数达 3 000 以上, 回收率、重现性好, 结果令人满意。

1 仪器与试剂

Waters 515 泵, Waters 996 二极管阵列检测器, Waters 2010 色谱工作站。亮叶猴耳环叶(采自百色地区, 鉴定人广西药品检验所黄燮才); 槲皮苷对照品(中国药品生物制品检定所); 甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Spherisorb C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 200 mm, 5 μm), 柱温为室温, 流动相甲醇-0.4% 磷酸溶液(50:50), 流速 1 mL·min⁻¹, 检测波长 350 nm。理论板数按槲皮苷峰计应不低于 3 000。

2.2 供试品溶液的制备 取供试品粉末约 0.1 g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加甲醇 60 mL, 置水浴中回流 1 h, 放冷, 将甲醇液移置 100 mL 量瓶中, 用甲醇洗涤容器, 洗液并入量瓶中, 加甲醇稀释至刻

度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 吸取续滤液。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取槲皮苷对照品 8.54 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇使溶解并稀释至刻度。

2.4 线性关系考察 精密量取 2.3 项下的对照品溶液 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 2.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 依次吸取 10 μL 注入液相色谱仪中测定, 以进样量 W (μg) 对峰面积 A 回归, 得回归方程 $A = 13\ 679 + 1\ 303\ 522 W$, $r = 0.999\ 9$, 进样量在 0.034~0.34 μg 与峰面积呈良好线性。

2.5 精密度试验 对同一槲皮苷对照品溶液, 连续进样 5 次, 峰面积的 RSD = 0.90% ($n = 5$)。

2.6 重现性试验 对同批样品测定, 分别取 5 份, 测定槲皮苷的含量, 平均含量为 2.09%, RSD = 0.99% ($n = 5$)。

2.7 稳定性试验 对同一供试品溶液, 每隔 1 h 测定 1 次, 结果在 7 h 内基本稳定, RSD = 0.90% ($n = 8$)。

2.8 加样回收率试验 取已知含量的样品约 0.1 g, 精密称定, 加入一定量的槲皮苷对照品, 按上述方法测定, 平均回收率 99.2%, RSD 1.5%, 见表 1。

2.9 样品测定结果 按上述方法, 测定 5 批样品的结果见表 2。

3 讨论

样品用超声振荡提取, 结果含量偏低, 如超声时间超过 30 min, 甲醇易挥发。采用索氏提取器提取, 测得含量高, 回收、重现性均较好。由于黄酮类含酚羟基, 在水中部分解离引起拖尾, 加入磷酸溶

[收稿日期] 2003-04-15

[通讯作者] Tel: (0771) 2611940 Fax: (0771) 2611846 E-

mail: ychengxu@21cn.com