

HPLC 法测定清热解毒口服液中连翘苷的含量

★ 黄荣发 (江西省鹰潭市人民医院 鹰潭 335000)

★ 唐春华 (江西省鹰潭市药品检验所 鹰潭 335000)

关键词: HPLC 法; 清热解毒口服液; 连翘苷; 含量

中图分类号: TQ 460.7 文献标识码: A

清热解毒口服液^[1]由连翘、黄芩、板蓝根、金银花、玄参、石膏、地黄、栀子、甜地丁、龙胆、知母、麦冬等中药组成。具有清热解毒的功效。用于热毒壅盛所致发热面赤、烦躁口渴、咽喉肿痛等症,以及流感、上呼吸道感染见上述证候者。其主药之一连翘的主要有效成分为连翘苷,为有效控制制剂的质量,笔者采用高效液相色谱法对清热解毒口服液中连翘苷的含量进行了测定,结果令人满意。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 LC-10A 高效液相色谱仪,包括 SPD-10AVP 紫外检测器(日本岛津公司);ANASTAR 色谱数据系统(美国 TS 公司)。

1.2 试剂 连翘苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号:821-9903);清热解毒口服液(江西济民可信药业有限公司生产,三批批号分别为 050504、050601、050612);水为超纯水,甲醇、乙腈均为色谱纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[1,2] 色谱柱:Shim-pack VP-ODS(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水(20:80);流速:1.0 mL/min;检测波长:277 nm;柱温:30 ℃;进样量:20 μL。理论塔板数以连翘苷峰计算应不低于 6 000。

2.2 供试品溶液的制备^[1] 精密量取样品 2 mL,置 50 mL 量瓶中,加入甲醇适量,振摇,用甲醇稀释至刻度,摇匀,放置,滤过,即得。

2.3 线性关系考察 准确称取连翘苷对照品 1.4 mg,置 25 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,即得浓度为 56 μg/mL 的对照品储备液。分别精密吸取该储备液 0.5、1.0、2.0、4.0 及 5.0 mL,置于 10 mL 容量瓶中,加甲醇溶液配制浓度为 2.8、5.6、11.2、22.4、28.0 μg/mL 的对照品溶液,并按“2.1”项下色谱条件分别进样 20 μL,测定峰面积积分值,并以峰面积积分值(A)为纵坐标,浓度(C)为横坐标进行线性回归,得回归方程为 $A = 27\,569.38C + 6\,275.3$ ($r = 1.000\,0$),线性范围为 2.8~28.0 μg/mL。

2.4 精密度试验 精密吸取“2.2”项下溶液 20 μL,按“2.1”项下色谱条件重复进样 6 次,测定连翘苷色谱峰面积积分值,结果 $RSD = 1.02\%$ ($n = 6$)。

2.5 稳定性试验 取“2.2”项下供试品溶液,按“2.1”项下色谱条件于 0、2、4、8、12 小时,分别进样 20 μL,测定连翘

苷峰面积积分值, $RSD = 1.05\%$ ($n = 5$)。结果表明,样品溶液在 12 小时内稳定。

2.6 重现性试验 取同一批样品(批号:050504)5 份,分别按“2.2”项下方法制备成供试品溶液,并按“2.1”项下色谱条件平行测定 5 次。结果,平均含量为 198.56 μg/mL, $RSD = 0.94\%$ 。

2.7 加样回收率试验 准确量取已知含量的样品适量,并准确加入一定量的连翘苷对照品,按“2.2”项下方法制备成供试品溶液,按“2.1”项下色谱条件进样,测定峰面积积分值,计算回收率,结果详见表 1。

表 1 加样回收率试验结果 ($n = 5$)

样品含量 /μg	加入量 /μg	测得量 /μg	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
4.85	5.60	10.33	97.86	98.11	0.73
5.31	5.60	10.84	98.75		
4.87	5.60	10.39	98.57		
5.52	5.60	10.95	96.96		
4.73	5.60	10.24	98.39		

2.8 样品含量测定 精密量取 3 批样品各 2 mL,按“2.2”项下方法制备成供试品溶液,均按“2.1”项下色谱条件进样 20 μL,分别测定峰面积积分值,以外标法计算连翘苷含量,结果详见表 2。

表 2 样品含量测定结果 ($n = 5$)

批号	含量/μg·mL ⁻¹	RSD(%)
050504	198.56	0.79
050601	210.93	0.94
050612	206.32	1.36

3 讨论

实验结果表明,本方法操作简便、重现性好、结果准确,具有实际应用意义。而目前药典尚无以连翘苷含量测定来控制清热解毒口服液质量的标准,为此可用高效液相色谱法对清热解毒口服液中连翘苷的含量进行测定来控制本品的质量。

参考文献

- [1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京:化学工业出版社, 2000.153
- [2] 韩桂茹,赵志军,徐韧柳. 高效液相色谱法对连翘及双黄连片中连翘苷的定量分析[J]. 中国现代应用药学杂志, 2002, 19(3): 223

(收稿日期: 2006-03-10)