

20mL,合并硫酸液,加浓氨水,使成碱性(pH10),用氯仿提取5次,每次20mL,合并氯仿提取液,水浴蒸干。残渣用醋酸乙酯溶解至10mL量瓶中,稀释至刻度,摇匀,用0.5 $\mu$ m微孔滤膜滤过,作为供试品溶液。

**3.2 对照品溶液的制备** 精密称取芍药苷对照品,加醋酸乙酯制成50 $\mu$ g/mL的溶液,作为对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液和样品溶液各10 $\mu$ L,注入高效液相色谱仪,按上述色谱条件,以外标法计算含量。

**3.3 样品测定结果** 按样品测定方法测定3批成药样品,结果见表5。

表5 乙肝宁胶囊中芍药苷含量测定结果

批号	芍药苷含量(mg/粒)
021209	0.5527
030109	0.5501
030321	0.5361
030406	0.5575
030412	0.5460

#### 4 讨论

**4.1 乙肝宁胶囊中芍药苷含量的测定方法**曾经采用薄层扫描法<sup>[1]</sup>,但发现采用该方法,对同一批样品的测定结果差异较大,重现性差。参照文献<sup>[2~5]</sup>,建立了测定芍药苷含量的方法。经过对5批乙肝宁胶

囊中芍药苷的含量测定结果表明,该方法简单准确,可以控制产品的质量。

**4.2 对多种流动相进行了筛选试验**<sup>[6,7]</sup>,甲醇-水(60:40);甲醇-水(80:20)、(70:30);正己烷-二氯甲烷-甲醇-浓氨水(270:270:20:1.7)等,结果以正己烷-二氯甲烷-甲醇-浓氨水(270:270:20:1.7)分离效果最理想,最后选定为本实验流动相。

**4.3 本实验同法测定了白芍的阴性对照品**,结果芍药苷可以基线分离且不受其它组分干扰,分离效果好。

#### 参考文献:

- [1] 赵 曦,梁生旺.乙肝宁胶囊质量标准的研究[J].中国中药杂志,1998,23(9):544.
- [2] 中国药典2000年版[S].一部.2000:78.
- [3] 邵长凤,陈坚天,杨吉田,等.中药止痛胶囊中芍药苷的HPLC含量测定[J].中草药,1999,30(11):822.
- [4] 周新蓓,涂瑶生,刘法锦.高效液相色谱法测定赤芍浓缩颗粒中芍药苷的含量[J].中国实验方剂学杂志,1999,5(3):5.
- [5] 王铁军,郭绪林,张京平.高效液相色谱法测定根痛平冲剂中芍药苷的含量[J].中国中药杂志,1997,22(2):99.
- [6] 杨永华,陈燕军.古汉养生精片中芍药苷的含量测定[J].中国中药杂志,1997,22(3):165.
- [7] 刘玉珍,郑 璐,迟 军,等.反相高效液相色谱法测定逍遥冲剂中芍药苷的含量[J].中成药,1999,21(7):339.

收稿日期:2004-03-07

## 高效液相色谱法测定咽舒糖浆中绿原酸的含量

张广春,赵 昕,王旭明,陈 军(中国人民解放军沈阳军区联勤部药品仪器检验所,辽宁 沈阳 110026)

**摘要** 目的:采用高效液相色谱法,建立咽舒糖浆中绿原酸的含量测定方法。方法:采用ODS分析色谱柱(4.6mm $\times$ 250mm,7 $\mu$ m);流动相为乙腈-0.4%磷酸溶液(15:85);流速:1mL/min;检测波长:327nm。结果:HPLC法测定绿原酸可达基线分离,在1.62~21.60 $\mu$ g线性良好,回归方程: $A=2516409C-2979$ , $r=1.0000$ ,5次测定平均加样回收率为100.1%,RSD为0.80%。结论:该法操作简便,结果准确,重现性好,可作为该制剂的质量控制方法。

**关键词** 咽舒糖浆;高效液相色谱法;绿原酸

中图分类号:R284

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2004)04-0228-03

## Determination of chlorogenic acid in Yanshu Tangjiang by high performance liquid chromatography

ZHANG Guang-chun, ZHAO Xin, WANG Xu-ming, CHEN Jun(Institute for Drug and Instrument Control of Shenyang Military Region, Shenyang 110026, China)

作者简介:张广春(1961-),男,主管药师,理学学士。

Tel:(024)23069575

**ABSTRACT Objective:** To develop a method for determination of chlorogenic acid in Yanshu Tangjiang by high performance liquid chromatography. **Methods:** ODS C<sub>18</sub> (4.6mm×250mm,7μm) was selected and the mobile phase consisted of acetonitrile-0.4% phosphoric acid (15:85) at the flow rate 1mL/min. The detection wavelength was 327nm. **Results:** The calibration curve was linear in the range of 1.62~21.60μg(*r* = 1.000 0). The average recovery of the method was 100.1%, *RSD* was 0.80% (*n* = 5). **Conclusion:** This method was reliable and accurate. The method can be used to control the quality of preparation.

**KEY WORDS** Yanshu Tangjiang; HPLC; chlorogenic acid

咽舒糖浆是由北豆根、金银花、板蓝根、牛蒡子、丹皮、桂枝等六味药材组成的复方制剂。具有清热解毒、凉散风热、活血化瘀、解毒利咽等功能,临床上用于治疗咽炎。方中金银花药材中所含的主要成分为绿原酸,绿原酸的含量测定方法,文献报道有薄层扫描法<sup>[1]</sup>、紫外分光光度法<sup>[2]</sup>、高效液相色谱法<sup>[3]</sup>等。本试验采用了高效液相色谱法,对咽舒糖浆中的绿原酸进行含量测定,用以控制其质量。

**1 材料和方法**

**1.1 仪器** LC-4A 高效液相色谱仪;SPD2A 紫外检测器;C-R3A 积分仪;UV260 紫外分光光度计(日本岛津制作所)。

**1.2 试剂与药品** 乙腈为色谱纯;磷酸等其它试剂均为分析纯。绿原酸对照品(批号:753-9406,中国药品生物制品检定所);咽舒糖浆(由中国人民解放军第 203 医院提供)。

**1.3 色谱分析条件**

**1.3.1 测定波长选择** 取绿原酸对照品,加 50% 甲醇溶解,制成每 1mL 含 10μg 的溶液,紫外分光光度法扫描,光谱图见图 1。

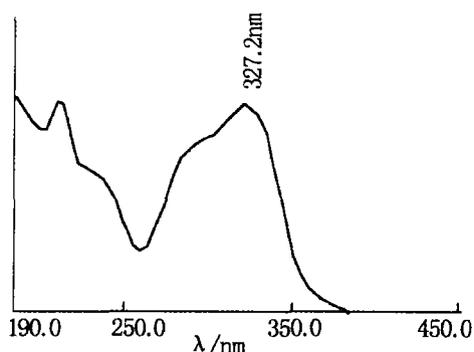


图 1 绿原酸对照品 UV 图谱

从图 1 中看出绿原酸在 327nm 处有最大吸收,故选择 327nm 为测定波长。

**1.3.2 色谱柱** 十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 C<sub>18</sub> 柱(4.6mm×250mm,7μm);流速:1mL/min;柱温:28℃;进样量:20μL。

**1.3.3 流动相的选择** 参照有关文献,经试验,选择乙腈-0.4%磷酸溶液(15:85)为流动相,保留时间

约为 17min。

**1.4 对照品溶液的制备** 精密称取绿原酸对照品 5.4mg,置 100mL 量瓶中,加 50% 甲醇适量,超声波处理 10min,使对照品溶解,再加 50% 甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液(54μg/mL)。

**1.5 供试品溶液的制备** 精密量取本品 5mL,置 50mL 量瓶中,加稀乙醇至刻度,摇匀,离心(4 000r/min)10min,取上清液,用微孔滤膜(0.45μm)滤过,精密量取续滤液 5mL,置 25mL 量瓶中,加 50% 甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

**2 方法学考察**

**2.1 空白试验** 按处方量制备缺金银花的阴性对照溶液,照文中所述含量测定方法操作,结果空白溶液与绿原酸对照品相同保留时间处,未显示明显色谱峰,说明无干扰(见图 2)。

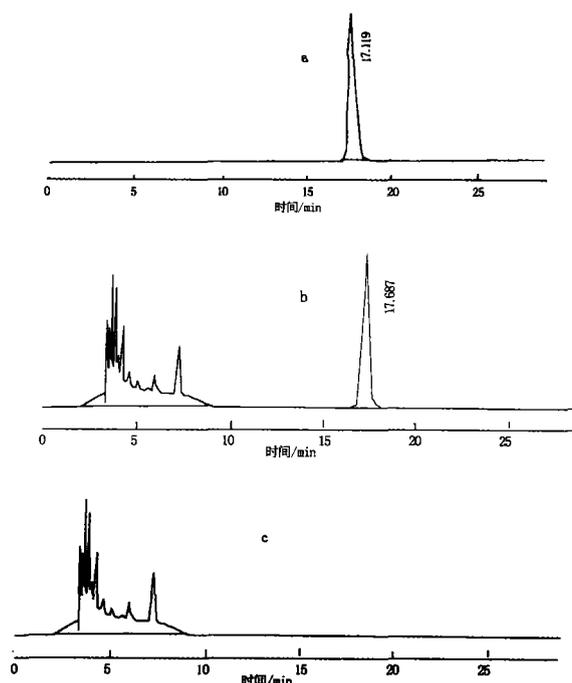


图 2 咽舒糖浆的 HPLC 色谱图

a—绿原酸对照品;b—供试品溶液;c—阴性对照液

**2.2 样品溶液稳定性试验** 将待测样品溶液,置室温下贮存,分别于 0、0.5、1、2、3、5h,定期测定含量。结果 6 次含量的 *RSD* 为 0.48%,表明样品溶液基本稳定。

**2.3 仪器的精密度试验** 精密吸取上述对照品溶液(54 $\mu\text{g}/\text{mL}$ )20 $\mu\text{L}$ ,重复进样6次,结果RSD为0.41%,精密度试验符合要求。

**2.4 重复性试验** 取同一批号的供试品,分别进行供试品溶液的制备、测定,重复5次,结果RSD为1.34%。

**2.5 线性关系的考察** 精密量取绿原酸对照品溶液0.30、0.50、1.00、1.50、2.00和4.00mL,分别置于10mL量瓶中,加50%甲醇至刻度,摇匀。取20 $\mu\text{L}$ 注入液相色谱仪中,记录色谱图,以峰面积为纵坐标,相应浓度为横坐标,进行线性回归,线性方程: $A=2\ 516\ 409C-2\ 979$ , $r=1.000\ 0$ 。

**2.6 加样回收率试验** 精密称取已知含量的同一批咽舒糖浆5mL,精确加入绿原酸对照品适量,按文中供试品溶液的制备方法操作,测定其含量,并计算回收率,测定结果见表1。

表1 加样回收率测定结果

编号	取样量 (mL)	本底量 ( $\mu\text{g}$ )	加入量 ( $\mu\text{g}$ )	测得量 ( $\mu\text{g}$ )	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
1	5	78.7	71.06	150.6	100.6		
2	5	78.7	71.06	151.9	101.4		
3	5	78.7	71.06	148.9	99.4	100.1	0.80
4	5	78.7	71.06	149.3	99.7		
5	5	78.7	71.06	148.7	99.3		

### 3 样品测定

精密量取本品5mL,置50mL量瓶中,加稀乙醇至刻度,摇匀,离心(4 000r/min)10min,取上清液,用微孔滤膜(0.45 $\mu\text{m}$ )滤过,精密量取续滤液5mL,

置25mL量瓶中,加50%甲醇稀释至刻度,摇匀,即得供试品溶液。精密称取绿原酸对照品5mg,置100mL量瓶中,加50%甲醇适量,超声波处理10min,使对照品溶解,再加50%甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。分别吸取对照品溶液与供试品溶液各20 $\mu\text{L}$ ,注入液相色谱仪测定,计算即得。

本品每瓶(100mL)含金银花以绿原酸( $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_9$ )计,不得少于15mg。取本品样品3批,按上法测定,结果见表2。

表2 咽舒糖浆样品含量测定结果( $\bar{x}\pm s$ , $n=2$ )

批号	含量(mg/mL)	每瓶含量(mg/100mL)
20020620	0.182	18.2
20020623	0.193	19.3
20030314	0.190	19.0

### 4 讨论

在本项试验中,我们参考文献<sup>[3]</sup>,采用了乙腈与磷酸溶液的配比,而没有采用缓冲液作为流动相,此选择有利于色谱柱的长期使用。

### 参考文献:

- [1] 周庆华,李彦冰. 树条荚蒾果实中绿原酸的含量测定[J]. 中医药学报,1996,(6):45.
- [2] 丁青龙,黄晓瑾,沈晓洁,等. 不同厂家银黄口服液液中黄芩苷、绿原酸含量测定[J]. 中国医院药学杂志,1996,16(7):315.
- [3] 陈金霞,谷玲,孙立新,等. 高效液相色谱法测定小儿咳喘灵口服液液中绿原酸的含量[J]. 现代应用药学,1996,13(4):42.

收稿日期:2004-01-01

## 离子对色谱法测定硫酸阿托品滴眼液的含量

李志梅<sup>1</sup>,刘萌<sup>1</sup>,张黄丹<sup>2</sup>(1.温州市药品检验所,浙江温州325028;2.温州开发区医药有限公司,浙江温州325000)

**摘要** 目的:建立测定硫酸阿托品滴眼液中硫酸阿托品含量的方法。方法:采用Alltech-C<sub>18</sub>(5 $\mu\text{m}$ 4.6 $\times$ 250mm)色谱柱固定相,以乙腈-0.05mol/L庚烷磺酸钠水溶液(35:65)为流动相,检测波长210nm。结果:硫酸阿托品在8~120 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内线性良好,线性回归方程为: $A=-72\ 915.407\ 3+15\ 308.163\ 9C$ , $r=0.999$ ,平均回收率为100.2%,RSD=0.65%。结论:本法操作简单,快速,准确可靠,回收率高。

**关键词** 硫酸阿托品;滴眼液;离子对色谱法,含量测定

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2004)04-0230-03

## Determination of atropine sulfate eye drops by ion-pair HPLC

LI Zhi-mei<sup>1</sup>, LIU Meng<sup>1</sup>, ZHANG Huang-dan<sup>2</sup> (1. Wenzhou Institute of Drug Control, Wenzhou 325028, China; 2. Wenzhou Development Zone Medicine Co. Ltd, Wenzhou 325000, China)

作者简介:作者简介:李志梅(1975-),女,学士。