

高效液相色谱法测定小儿咳喘灵 口服液中绿原酸的含量

陈金霞 谷玲璐 孙立新 (哈尔滨中药二厂, 哈尔滨 150001)

小儿咳喘灵口服液由金银花、板蓝根、麻黄、石膏等组成。具有宣肺清热、止咳、祛痰、平喘作用, 用于上呼吸道感染, 气管炎, 肺炎, 咳嗽等。为保证制剂的质量, 本文采用高效液相色谱法, 对小儿咳喘灵口服液中绿原酸进行了含量测定。

1 仪器与试药

美国 RAININ 公司 SD-200 型泵, UV-C 检测器、HP3395 积分仪。

绿原酸对照品由中国生物制品检定所提供。

小儿咳喘灵口服液由哈尔滨中药二厂科研所自制。

甲醇、冰醋酸 均为分析纯。

2 高效液相色谱条件

色谱柱: Microsorb-MV C_{18} (4.6 mm $\times$ 250 mm)

流动相: 甲醇—水—冰醋酸(20:80:10)

检测波长: 324 nm, 柱温: 室温, 流速: 1 ml/min

进样量: 20 μ l。理论板数按绿原酸峰 计算不低于2500。

3 色谱测定

3.1 供试品溶液的制备

精密量取供试品 1.0 ml 置 25 ml 量瓶中, 加水溶解至刻度, 0.45 μ m 滤膜过滤, 即得。

3.2 对照品溶液的制备

精密称取绿原酸对照品 1.08 mg, 置 10 ml 量

瓶中,加水溶解并稀释至刻度,0.45um过滤,即得。

3.3 空白对照溶液的制备

按处方比例及工艺自制不含金银花的小儿咳喘灵口服液,按供试品溶液的制备方法制备,即得。

3.4 测定法

分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液与空白对照品溶液各 20 μl, 注入高效液相色谱仪,测定,即得色谱图,图 1、2、3。空白无干扰。

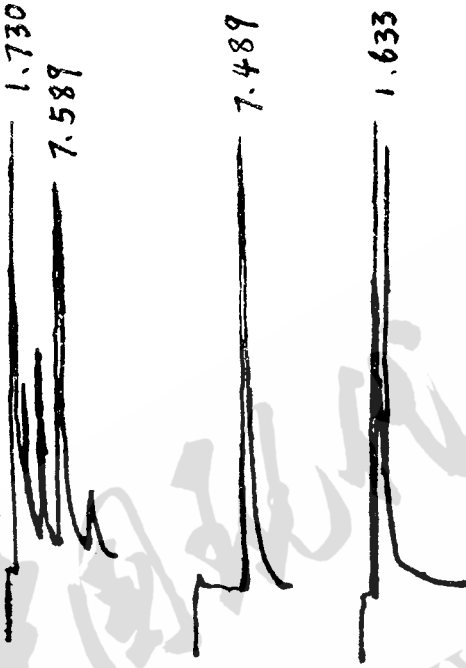


图 1 供试品 图 2 绿原酸对照 图 3 空白对照
色谱图 品色谱图 照色谱图

4 线性关系及线性范围

精密称取绿原酸对照品 1.08 mg, 置 10 ml 量瓶中,加水稀释至刻度。精密吸取 5、10、15、20 μl, 分别注入液相色谱仪测定,分别以峰面积积分值为纵坐标,对照品的进样量(μg)为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程:

$C = 1.143 \times 10^{-7} s + 0.215 \quad r = 0.9992$

线性范围: 0.54 μg—2.16 μg

5 精密度试验

精密吸取同一供试品液,重复进样 5 次,其含量分别为 1.562、1.458、1.505、1.523、1.517,平均值为 1.513 mg/ml, CV = 2.50%

6 回收率试验

精密量取已知含量的供试品 1.0 ml (共 5 分),分别置 25 ml 量瓶中,分别精密加入绿原酸对照品溶液(1.565 mg/ml)1.0 ml,加水至刻度,按供试品溶液的制备方法制备,依法测定,计算结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

进样量 (μl)	样品中含 (mg/ml)	加入量 (mg/ml)	测得量 (mg/ml)	回收率 (%)
20	0.0605	0.0626	0.1207	96.18
20	0.0605	0.0626	0.1214	97.23
20	0.0605	0.0626	0.1208	96.43
20	0.0605	0.0626	0.1202	95.42
20	0.0605	0.0626	0.1218	98.08
平均值 96.67%		CV = 1.05%		

7 重现性试验

按含量测定的方法,对同一批样品进行 6 次测定,其含量为 1.489、1.508、1.479、1.452、1.525、1.562 mg/ml,其平均值为 1.503 mg/ml CV = 2.55%

8 样品测定

取三批供试品溶液,在上述色谱条件下进行测定,计算样品中绿原酸的含量,结果表 2。

表 2 样品测定结果

批号	含量(mg/ml)	平均值(mg/ml)
930601	1.504	1.513
	1.521	
930602	0.626	0.633
	0.640	
930603	0.844	0.847
	0.850	

收稿日期: 1996—01—03