

# 高效液相色谱法测定咽喉宁喷液中绿原酸的含量

叶小强,黎小伟(广西贺州地区药品检验所,广西 梧州 543001)

**摘要:**目的 建立咽喉宁喷液中绿原酸含量的 HPLC 测定方法。方法 采用 Kroma .sil C<sub>18</sub>柱,流动相为水-乙腈-磷酸(170:30:0.2),检测波长 327nm。结果 绿原酸的线性范围为 0.08~1.28μg,  $r=0.9998$ ,平均回收率为 98.8%,RSD=1.5%。结论 本法简便,可靠,准确,可用于该制剂的质量控制。

**关键词:**绿原酸;咽喉宁喷液;高效液相色谱法

中图分类号:R284.1;R917.101

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2003)04-0304-02

## Determination of chlorogenic acid in Yanhouning spray by HPLC

YE Xiao-qiang, LI Xiao-wei(Hezhou prefecture Institute for Drug Control, Wuzhou 543001, China)

**ABSTRACT:OBJECTIVE** To establish an HPLC method for the determination of Chlorogenic acid in Yanhouning spray. **METHOD**

A Kroma .sil C<sub>18</sub> column was used. The mobile phase was water-acetonitrile-phosphoric acid(170:30:0.2). The detection wavelength was 327nm. **RESULTS** The linear range was 0.08~1.28μg.  $r=0.9998$ . The average recovery was 98.8%. RSD was 1.5%. **CONCLUSION** The method is simple, reliable, accurate and can be applied to the quality control of the preparation.

**KEY WORDS:**Chlorogenic acid; Yanhouning Spray; HPLC

咽喉宁喷液是金银花、桔梗、野菊花的提取液加入余甘子汁及薄荷脑制成的中药喷雾剂,具有清热解毒、消肿利咽的功效。临床用于咽喉肿痛、声音嘶哑、咽炎、喉炎、扁桃体炎等症。该制剂质量标准无含测项目,本实验采用高效液相色谱法,测定方中主药金银花的有效成分绿原酸的含量,结果满意。

### 1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:日本岛津 LC-6AT 泵,SPD-6AV 紫外检测器,威玛色谱数据工作站。绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所),咽喉宁喷液自制样品(实验室配制,所用药材购自本市医院药房),咽喉宁喷液样品(梧州地区第三制药厂产品),试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件

色谱柱:Kroma .sil C<sub>18</sub>柱(5μm,4.6mm×250mm),流动相:水-乙腈-磷酸(170:30:0.2);流速:1mL/min;检测波长:327nm;柱温:室温。

#### 2.2 供试品溶液的制备

精密吸取样品 1mL,置 50mL 量瓶中,精密加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。按处方比例及工艺制备不含金银花的阴性样品,同法制备阴性样品溶液。

#### 2.3 系统适应性试验

在上述色谱条件下测定,结果表明,绿原酸的保留时间约为 8min,理论塔板数以绿原酸计算为 4600,阴性样品对测定无干扰。

#### 2.4 线性关系考察

精密称取绿原酸对照品适量,加甲醇制成每 1mL 含 80μg 的溶液。精密吸取 1.0,4.0,7.0,10.0,13.0,16.0μL,按上述色谱条件测定峰面积,以绿原酸的量(μg)为纵坐标,绿原酸峰面积为横坐标,得回归方程:  $Y=2.645 \times 10^{-5} X - 2.036 \times 10^{-2}$ ,  $r=0.9998$ ,线性范围为 0.08~1.28μg。

#### 2.5 精密度试验

精密吸取上述绿原酸对照品溶液 5mL,加甲醇稀释至 10mL 作为对照品溶液,吸取 10μL,连续进样 5 次,分别测其峰面积,RSD 为 0.8%。

#### 2.6 重复性试验

取同一样品,按供试品溶液制备方法制备 5 份供试液,依法测定,计得平均含量为 2.857mg/mL,RSD 为 1.0%。

#### 2.7 稳定性试验

取同一份供试品溶液,每隔 2h 进样测定一次,结果 6 次测定的峰面积基本不变,表明供试品溶液在 12h 内稳定。

#### 2.8 加样回收率试验

精密吸取已测定含量的样品(2.857mg/mL)5mL,置 10mL 量瓶中,精密加入绿原酸对照品 12.25mg,使溶解,加甲醇至刻度,摇匀。精密吸取 0.5,1.0,1.5mL 各 2 份,置 50mL 量瓶,按供试品溶液制备方法制备供试品溶液,测定,计算回收率,结果见表 1。

#### 2.9 样品测定

分别精密吸取对照品与供试品溶液各 10μL,按上述色谱条件测定,以外标法计算样品中的绿原酸含量,结果见表 2。

表 1 加样回收率试验结果( $n=6$ )

**Tab 1** Result of Recovery Test of Chlorogenic Acid(  $n = 6$  )

样品 ( mg)	加入量 ( mg)	测定量 ( mg)	回收率 ( %)	平均回收率 ( %)	RSD ( %)
0.7142	0.6125	1.307	96.8		
0.7142	0.6125	1.320	98.9		
1.428	1.225	2.622	97.5	98.8	1.5
1.428	1.225	2.649	99.7		
2.143	1.838	3.962	99.0		
2.143	1.838	3.996	100.8		

**表 2** 样品测定结果(  $n = 3$  )**Tab 2** Determination results of samples(  $n = 3$  )

批号	氯原酸( mg/ mL)	RSD( %)
自制样	2.857	1.0
20000122	0.6091	1.5
20000423	0.8171	0.9
20000508	0.8495	1.2

### 3 讨论

3.1 本实验所用的流动相,通过改变水和乙腈的比例,易使绿原酸峰与相邻峰基线较好分离。实验用流动相水和乙腈比例为(170:30),绿原酸出峰时间为8 min,分离度达到5.4。

3.2 实验测定三批产品绿原酸的含量,与自制样比较,含量偏低。产品的生产日期已过1年,认为有必要对制剂中绿原酸的稳定性进行定量考察。李昌爱等在《金银花产地和类型对其质量的影响》(中药材,1993,16(5):5)报道,不同来源金银花中绿原酸含量相差较大。投料用的金银花必需按中国药典2000年版一部金银花项下测定绿原酸含量,符合规定后投料才能保证制剂中绿原酸达到较高含量。

收稿日期:2002-01-09