

2.

表 2 平疣口服液芍药甙比较

批号	澄清剂	峰面积	含量(ng)
1	不加	79060	99.84
	乙醇	68180	87.38
	壳聚糖	78740	99.48
2	不加	77720	98.31
	乙醇	67360	86.44
	壳聚糖	71260	90.90
3	不加	81610	102.77
	乙醇	80240	101.20
	壳聚糖	76730	97.18

### 3 讨论

3.1 从图 1 中可看出,用澄清剂处理过的药液与乙醇沉淀的药液及未经澄清的药液,经薄层层析检测相比较,在相同的位置上,样品与对照品有相同颜色的斑点,颜色、大小似无差别。也就是说对成分影响不大。

3.2 在本试验条件下,含多味中药的复方制剂中的芍药甙仍能获得较好的分离,空白样品无干扰峰,平均加样回收率为 100.8%,RSD 在 2.0% 以内。

3.3 HPLC 测定结果证明,壳聚糖澄清剂对芍药甙的含量与醇沉法比较无明显差异,澄清效果均较理想,证明天然澄清剂可以代替乙醇作澄清剂。对其它成分有无影响,有待进一步研究。

#### 参考文献

- 1 钱亚南,等. 中草药,1995,26(7):349
- 2 倪健,等. 中草药,1995,26(12):637
- 3 刘训红,等. 中药材薄层色谱鉴别. 天津:天津科学技术出版社,1989.90

(1997-07-31 收稿)

## 消痤颗粒剂中绿原酸的 HPLC 法含量测定及二极管矩阵检测(PDA)对其纯度评估

天津药物研究院中药一室(300193) 吕沅珊\* 华伟义

**摘要** 用 HPLC 法对消痤颗粒剂中绿原酸进行含量测定,并用二极管矩阵检测器(PDA)对绿原酸峰的纯度进行评估,结果满意。

**关键词** 消痤灵颗粒剂 HPLC 绿原酸 二极管矩阵检测器

消痤颗粒剂由金银花、赤芍、白芷等组成,具有清热解毒、凉血的功能,主治月经周期相火旺盛,青春期痤疮。我们利用高效液相色谱法对制剂中的主要成分绿原酸进行了含量测定,并用二极管矩阵检测器(PDA)对绿原酸色谱峰的紫外光谱进行了比较,对其色谱峰的纯度进行了定量的评估,取得了满意的结果。

### 1 仪器与试药

岛津 LC-6A 型高效液相色谱仪,C-R3A 数据处理仪,Sperisosb 200 mm×4.6 mm 不

锈钢柱,二极管矩阵检测器 Waters 996 PDA,486 色谱工作站。

乙腈为色谱纯,其它试剂均匀分析纯,水为去离子水,消痤颗粒剂由本室提供。

供试品溶液的制备:精密称取样品适量,加水 10 mL,温热溶解,冷后,加乙醇定容至 50 mL,滤过,即得。

对照品溶液制备:配制含绿原酸 0.05 mg/mL 的乙醇溶液。

色谱条件:流动相:12.5%乙腈并加入 2%冰乙酸;流速:1.0 mL/min;柱温:室温;

\* Address:Lü Yuanshan,Tianjin Institute of Pharmaceutical Research,Tianjin.

检测波长:330nm。

## 2 方法与结果

2.1 线性关系的考察:实验数据见表 1。

表 1 线性关系实验数据

进样量 (mg)	0.0328	0.082	0.1312	0.164	0.246	0.328
峰面积	5614	14430	22676	28524	42551	56548

回归方程:  $Y=2824.9X+141.8$ ,  $r=0.999$ 。

绿原酸在  $0.03 \mu\text{g} \sim 0.41 \mu\text{g}$  之间进样量与峰面积呈良好的线性关系。

2.2 精密度实验:同一份消瘞颗粒剂供试液,进样 5 次,结果如表 2。

表 2 精密度实验结果

样品号	1	2	3	4	5	平均	RSD%
峰面积	12746	12833	12704	12875	12824	12796	0.5

2.3 重现性实验:消瘞颗粒剂供试液 5 份,实验结果见表 4。

表 4 重现性实验结果

样品号	1	2	3	4	5	平均	RSD%
绿原酸 mg/g	3.484	3.554	3.565	3.541	3.572	3.543	0.99

2.4 回收率实验:在已知含量的消瘞颗粒剂供试液中,加入定量的绿原酸对照品,依法测定,结果见表 5。

表 5 回收率实验结果

加入量 mg	测得量 mg	回收率%	平均值%	RSD% n=5
0.41	0.4107	100.2		
0.41	0.4034	98.4		
0.41	0.3989	97.3	98.9	2.0
0.41	0.4167	101.6		
0.41	0.3971	96.9		

2.5 样品的测定:对 3 批消瘞颗粒剂进行含量测定,结果见表 6。

表 6 样品测定结果

批号	960912	960913	960914
绿原酸 mg/g	3.2403	3.2079	3.3832

## 3 小结

3.1 由于本品成分复杂,用文献报道的流动相不能将绿原酸与其它成分完全分离,经过多次试验,最终采用本试验方法将样品中绿原酸与其相邻峰完全分离。

3.2 本文对消瘞颗粒剂中绿原酸采用 HPLC 法进行定量分析,为了选择确保绿原酸完全分离的流动相等色谱条件,使用了新型电二极管矩阵检测器(PDA),对绿原酸峰的紫外光谱进行了比较,同时也通过对色谱峰的纯度进行了定量的评估,收到了满意的结果。见图 1,2,3。

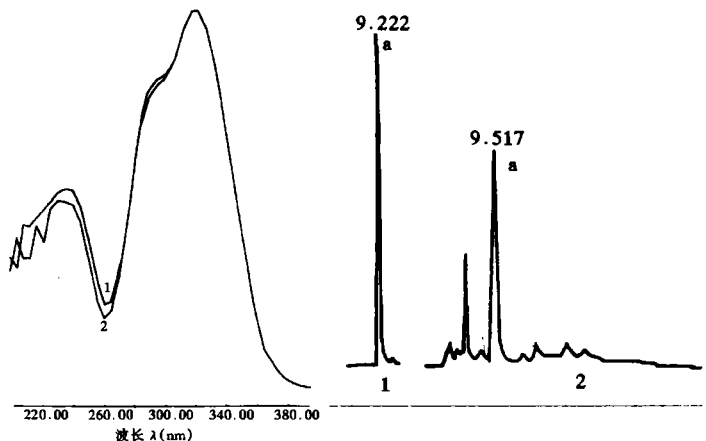


图 1 样品紫外图

1-绿原酸 2-供试品

图 2 HPLC 图

1-对照 2-样品  
a-绿原酸

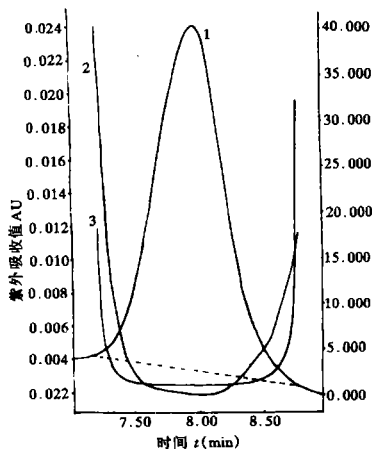


图 3 样品中绿原酸纯度角图

1-绿原酸峰 2-溶剂  
3-绿原酸

致谢:本院徐莉、王杏林协助部分工作。

(1997-08-08 收稿)