

creased extraction rate of FA was obtained with the compatibility of Radix Rehmanniae, which acted as a solubilizing agent for FA.

Key Words Ferulic acid Radix Rehmanniae clinical decoction HPLC

高效液相色谱法测定抗病毒口服液连翘甙的含量

沈阳药科大学天然药化教研室(110015) 张国刚* 徐绥绪

摘要 应用高效液相色谱法测定抗病毒口服液中连翘甙的含量,回收率为 $100.6\% \pm 2.24\%$, 相关系数为 0.9999, $RSD\% = 1.05\%$ 。本法可控制抗病毒口服液的质量。

关键词 抗病毒口服液 连翘甙 高效液相色谱法

抗病毒口服液是由连翘、知母、板蓝根等 9 味中药制成的中药制剂,用于治疗病毒感染引起的疾病。连翘是木犀科植物连翘 *Forsythia suspensa* (Thunb.) Vahl 的干燥果实,具有清热解毒、宣散风热、消痛散结之功。近年来药理研究证明连翘有较广的抗菌作用,对 G^+ 、 G^- 菌及流感病毒有明显抑制作用,能反映抗病毒口服液的药效。连翘中成分复杂,连翘酯甙、咖啡酸、芦丁、连翘甙及连翘脂素等为其有效成分^[1]。另外,在实验中,我们发现连翘甙在高效液相色谱柱分离中很容易和连翘中乃至样品中所含其它成分分开,其化学性质稳定,在 277 nm 紫外区有最大吸收,重现性较好。因此,我们选择了连翘甙作为指标成分,应用高效液相色谱法进行含量测定,以控制抗病毒口服液的内在质量。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:Perkin Elmer 公司(美国),1022-LC 色谱工作站,200 泵,LC 295 UV~VIS 检测器。溶剂过滤器(津腾牌),超声振荡仪(江苏昆山淀山湖检测仪器厂生产),样品过滤器(大连化物所生产),微量进样器(HAMILTON 公司生产,美国),氯仿、甲醇(色谱纯),对照品连翘甙(中国药品生物

制品检定所)。

抗病毒口服液:广州市花城制药厂(批号 961010 市售)。

2 色谱条件

2.1 连翘甙最大检测波长的选择:见紫外吸收光谱图 1。

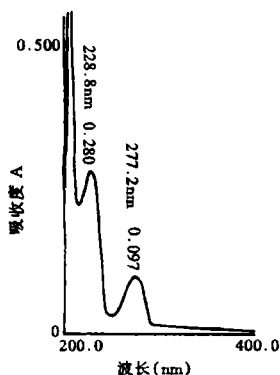


图 1 连翘甙紫外光谱图

2.2 测试条件:色谱柱:键合氨基柱(4.6 mm×25 cm, 10 μ m, 大连化物所),流动相:氯仿-甲醇(6:1),检测波长:277 nm,流速:1 mL/min,纸速:3 mm/min,灵敏度:0.02, RES:FAST,进样量:20 μ L。

色谱图见图 2。

3 工作曲线的考察

精密吸取连翘甙对照品 10 mg 置于 10

* Address: Zhang Guogang, Department of Phytochemistry, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang

张国刚 男,天然药物化学专业,硕士,工程师。主要科研成果:新药“抗病毒口服液”的主要研制者,获卫生部新药证书,荣获国家医药管理局科技进步三等奖;新药“双清口服液”的主要研制者,获卫生部新药证书,荣获国家医药管理局科技进步三等奖;“气滞胃痛冲剂”的改型换代产品“气滞胃痛胶囊”质量标准的主要研制者;新药“抗病毒水针剂”的主要研制者。其中硕士论文:“抗病毒水针剂”化学成分及其质量标准的初步研究受到专家的好评;新药“糖脂双降茶”质量标准的主要研制者。

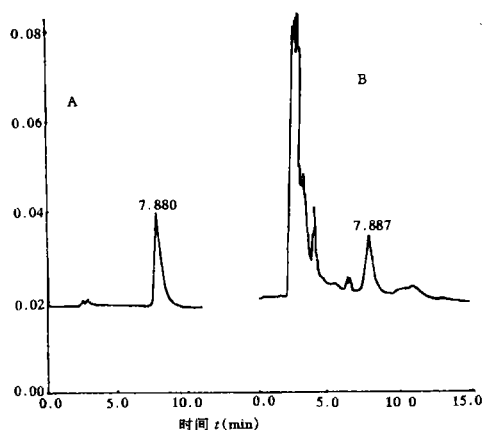


图2 连翘色谱图

A-标准品连翘 B-样品

mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度制成 1 mg/mL 的连翘甙对照品溶液。精密吸取 1 mg/mL 的连翘甙对照品溶液分别稀释配成 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 (mg/mL) 的连翘甙对照品溶液,分别进样 20 μ L,每个浓度重复 6 次,测定每个浓度的平均色谱峰面积积分值。经计算得到连翘甙色谱峰面积积分值(A)与连翘甙浓度(C)之间的回归方程式为 $C = 8.12 \times 10^{-8}A + 4.89 \times 10^{-3}$, $r = 0.9999$ 。线性回归曲线说明在 0.1~0.5 mg/mL 浓度范围内连翘甙浓度与色谱峰的峰面积积分值呈良好的线性关系,但是由于系统误差,所以标准曲线未过原点。因此,我们采用外标两点法对样品进行测定。

4 供试品溶液的制备

精密量取 961010 批号的抗病毒口服液 20 mL,置于 50 mL 圆底烧瓶中,加入氯仿分 3 次热水浴回流萃取,每次 20 mL 20 min。合

并 3 次氯仿液,水浴蒸干,用甲醇转移至带塞刻度试管中,挥干甲醇,精密取 1 mL 甲醇溶解残渣,即得供试品溶液。

5 样品的测定

精密吸取供试品溶液,进样 20 μ L,按上述色谱条件,每个样品测定 3 次,取平均值,按外标两点法计算出抗病毒口服液中连翘甙的含量。结果见表 1。

表 1 抗病毒口服液中连翘甙的含量测定

	1	2	3	4	5	RSD%	$C_{\text{含}} \pm S\%$ ($\mu\text{g/mL}$)
$\bar{A}$	3414183	3446255	3499254	3411339	3467031	1.07	
$C_{\text{含}}$	14.11	14.24	14.45	14.09	14.32	1.05	14.24 ± 0.15

6 精密度的测定

取 961010 批号的抗病毒口服液,按样品的测定项下测定其中的连翘甙的含量,连续进样 5 次,每次 20 μ L,测定峰面积,结果 RSD 为 1.05% ($n=5$)。

7 回收率的测定

精密吸取 961010 批号的抗病毒口服液 2 份,其中 1 份按含量测定方法测定其中的连翘甙的含量($C_{\text{含}}$),另一份定量地加入 0.1 mg/mL 的连翘甙标准品溶液 1 mL,摇匀,再次按含量测定方法测定其中的连翘甙的含量($C_{\text{含}}$),并计算回收率,结果为 100.6% $\pm$ 2.24%,RSD 为 2.22% ($n=5$)。

8 结果与讨论

本法测定抗病毒口服液中连翘甙的含量,方法简便、稳定、重现性好,可作质量检验的一个定量方法。

(1997-02-25 收稿)

Quantitative Determination of Phyllirin in "Antiviral Oral Liquid" by HPLC

Zhang Guogang, Xu Suixu (Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110015)

Abstract Phyllirin in "Antiviral Oral Liquid" was determined quantitatively by HPLC. The method is simple accurate, sensitive and reproducible. The average recovery was $(100.6 \pm 2.24)\%$, coefficient of variation was 1.05%, and coefficient of correlation was 0.9999. The results showed that this method is suitable for the quality control of "Antiviral Oral Liquid"

Key Words Antiviral oral Liquid phyllirin