

3.8 样品测定: 取样品适量 (约相当于药材 2.5 g) 于锥形瓶中, 加甲醇 50 mL, 水浴回流提取 40 min, 滤过, 取续滤液 20 mL, 离心 (3 000 r/min) 5 min, 上清液用 0.45 μm 滤膜滤过。精密吸取 10 mL 作为样品溶液。取样品液 5 μL 进样, 按上述色谱条件测定, 3 批样品测定结果见表 1

表 1 3批样品中小檗碱含量 (n= 3)

批号	小檗碱含量 (mg /g)	RSD(%)
990506	0.385	1.51
990508	0.375	1.50
990510	0.385	1.51

#### 4 讨论

4.1 前列腺炎冲剂中黄柏与赤芍的定性鉴别, 采用 TLC 法, 并分别与各自的阴性对照液进行了对照试验, 结果没有干扰, 斑点明显, 专属性好, 收到良好效果。

4.2 复方制剂中盐酸小檗碱的含量测定, 据文献<sup>[2]</sup>报道, 有酸性染料比色法、HPLC 法等。实验结果显示 HPLC 法简便, 结果准确, 无干扰, 为制定前列腺炎冲剂的质量标准提供了灵敏、快速的方法

4.3 测定的盐酸小檗碱含量转移率较低, 可能是工艺中水提取方法造成的, 若用有机溶媒提取, 盐酸小檗碱含量可能提高, 但这将增加制剂成本, 另外, 从中医药理论和临床实践考虑, 古方多采用汤剂, 盐酸小檗碱含量不会太高。故对盐酸小檗碱提取方法问题, 尚须进一步探讨。

#### 参考文献:

- [1] 陈发奎. 常用中草药有效成份含量测定 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997.
- [2] 孔广英, 于立佐, 于海鹏, 等. 酸性染料比色法测定牛黄益金片中总生物碱的含量 [J]. 中成药, 1992, 14(1): 12

## HPLC法测定心达康胶囊中槲皮素和异鼠李素的含量

翁水旺<sup>1</sup>, 赖京华<sup>2</sup>

(1. 福建省药品检验所, 福建 福州 350001; 2. 福建医科大学, 福建 福州 350004)

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)02-0131-02

心达康胶囊具有化瘀通脉的功效, 主要用于心血瘀阻型冠心病。原标准采用比色法, 只能测定其中总黄酮的含量。本实验采用 HPLC 法测定心达康胶囊中槲皮素、异鼠李素两个组分, 效果好, 准确可靠。

#### 1 仪器和试剂

高效液相色谱仪 (美国 Waters 公司): 510 泵, 717 自动进样器, 481 可调波长紫外检测器; 色谱工作站 (中国科学院大连化学物理研究所); UV-260 型分光光度计 (日本岛津)

槲皮素对照品 (中国药品生物制品检定所), 异鼠李素对照品 (四川省药品检验所), 心达康胶囊 (批号: 010101, 010102, 010302, 四川美大康药业有限公司), 甲醇为色谱纯, 其余试剂均为分析纯

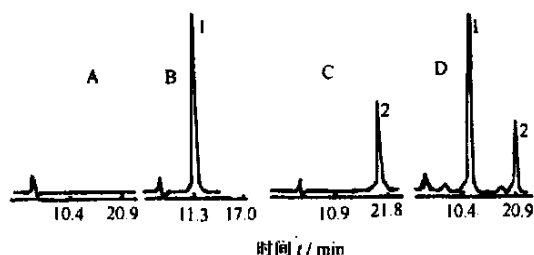
#### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Diamonsil C<sub>18</sub> (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.02 mol/L 磷酸溶液 (56:44); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 368 nm; 进样量: 20 μL

2.2 检测波长的确定: 用甲醇配制槲皮素

5 μg/mL 异鼠李素 4 μg/mL 的对照品溶液, 另取心达康胶囊的内容物用甲醇配制约 0.23 mg/mL 的溶液, 照分光光度法在 300~430 nm 波长范围内扫描, 绘制紫外吸收光谱图, 结果在 368 nm 波长处有最大吸收, 故确定 368 nm 为测定波长。

2.3 分析方法的选择: 精密称取槲皮素和异鼠李素对照品适量, 用甲醇配成约 35 和 25 μg/mL 的溶液, 另取心达康胶囊内容物配成约 2.5 mg/mL 的溶液, 在选定色谱条件下进样, 记录色谱图 (图 1)。



1 槲皮素 2 异鼠李素  
A 空白辅料 B 槲皮素对照品 C 异鼠李素对照品 D 心达康胶囊

图 1 HPLC 图

图中显示,该色谱条件下,槲皮素和异鼠李素两个成分能达到基线分离且峰形良好。

2.4 线性关系:取槲皮素对照品用甲醇配成  $170.8 \mu\text{g}/\text{mL}$  的溶液,另取异鼠李素对照品用甲醇配成  $132.6 \mu\text{g}/\text{mL}$  的溶液,分别吸取上述对照品溶液各  $0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 \text{ mL}$  等量混合,并各加甲醇至  $10 \text{ mL}$ ,摇匀,按以上色谱条件分别取  $20 \mu\text{L}$  进样,记录色谱图,以对照品浓度  $C (\mu\text{g}/\text{mL})$  为横坐标,峰面积  $A$  为纵坐标,进行线性回归。测得槲皮素线性范围:  $8.5 \sim 59.8 \mu\text{g}/\text{mL}$ , 回归方程为:  $A = 2.785 \times 10^4 C - 1.43 \times 10^3$ ,  $r = 1.000$ ; 异鼠李素线性范围:  $6.6 \sim 46.4 \mu\text{g}/\text{mL}$ , 回归方程为:  $A = 2.63 \times 10^4 C - 2.11 \times 10^3$ ,  $r = 0.999$ 。

2.5 精密度的试验:取槲皮素  $34.16 \mu\text{g}/\text{mL}$  和异鼠李素  $26.52 \mu\text{g}/\text{mL}$  的对照品混合溶液,在以上色谱条件下进行日内、日间精密度的测定。槲皮素、异鼠李素的日内精密度的分别为  $0.42\%$ 、 $0.59\%$  ( $n = 6$ ); 日间精密度的分别为  $0.30\%$ 、 $0.66\%$  ( $n = 6$ )。

2.6 干扰试验:按处方比例同法配制空白辅料溶液,按上述色谱条件取  $20 \mu\text{L}$  进样,得到该空白溶液色谱图,为一条除溶剂峰外无明显其它色谱峰的直线(见图 1),可排除辅料对该药两个组分含量测定的干扰。

2.7 稳定性试验:取样品溶液在室温下放置  $0, 1, 2, 3, 4, 5 \text{ d}$  后测定,以峰面积计算槲皮素、异鼠李素  $RSD$  分别为  $0.95\%$ 、 $1.30\%$  ( $n = 6$ ),说明样品溶液在配制好后  $5 \text{ d}$  内测定,结果稳定。

2.8 回收率试验:取槲皮素、异鼠李素对照品用甲醇各配制成 3 个不同浓度,每个浓度各取 3 个样,加入到已知含量的心达康胶囊样品中,照上述选定的色谱条件测定,计算回收率。结果槲皮素和异鼠李素的平均回收率和  $RSD$  分别为  $99.0\%$ 、 $0.80\%$  ( $n = 9$ ),  $99.5\%$ 、 $0.68\%$  ( $n = 9$ )。

2.9 样品测定:取 20 粒心达康胶囊的内容物,混匀,取约  $0.25 \text{ g}$ ,精密称定,置  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,加甲醇使溶解,并稀释到刻度,另用甲醇配制槲皮素  $35 \mu\text{g}/\text{mL}$  和异鼠李素  $25 \mu\text{g}/\text{mL}$  对照品溶液,按上述选定的条件测定,以峰面积计算,结果见表 1。

### 3 讨论

3.1 本实验中曾选择甲醇-水、乙腈- $0.02 \text{ mol/L}$  磷酸溶液等体系为流动相进行试验,结果显示甲醇- $0.02 \text{ mol/L}$  磷酸溶液 ( $56:44$ ) 较为适宜,两个组分分离度好,峰形理想。

表 1 心达康胶囊含量测定结果 ( $n = 3$ )

批号	含量 (mg/粒)		$RSD$ (%)	
	槲皮素	异鼠李素	槲皮素	异鼠李素
010101	3.30	2.01	1.31	1.00
010102	3.25	1.96	1.14	1.51
010302	3.00	1.87	1.64	1.65

3.2 心达康胶囊是由沙棘经加工并用乙醇提取后制成的,沙棘含有黄酮类化合物。本实验建立了 HPLC 法同时测定该胶囊中槲皮素、异鼠李素的含量,方法简便,重现性好,经各项方法学考察,结果满意。该方法为心达康胶囊的成分分析提供了有力的依据,也为加强该药的质量控制提供了有效手段。

## 海马补肾口服液中乌头碱含量测定

陈丽宇,杜小英,祖桂英

(天津医药科学研究所,天津 300070)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)02-0132-02

海马补肾口服液是天津乐仁堂药厂在丸剂配方的基础上,应用先进的提取技术将有效成分提出精制而成的口服液剂型。海马补肾口服液属复方滋补强壮药,主要由海马、鹿茸、人参、黄芪、淫羊藿等 30 多种动植物药组成,其组方中附子具有回阳救逆,补火助阳,驱风寒湿邪的作用,但附子具有一定毒性,

主要毒性作用成分是乌头碱,在其制剂中有效地控制乌头碱的含量,既能保证其功效又能保证用药的安全性<sup>[1]</sup>,我们所建立的 HPLC 法能快速准确地测定海马补肾口服液中乌头碱的含量,该方法为中药生产质量化、标准化提供依据,适用于中药制剂的质量监控和临床用药的质量监测。