

A-阴性对照 B-供试品 C-对照品

图 1 妇科十味片的 HPLC 图谱

2.8 样品含量测定:取 6 批样品,按上述供试品溶液制备方法 & 色谱条件进行测定,以外标法计算含量,结果见表 1

表 1 样品中芍药苷含量 (mg/g, $n=3$)

批 号	000301	000302	000303	010801	010802	010803
含 量	1.03	1.00	0.97	0.93	0.97	0.93

3 讨论

关于芍药苷的 HPLC 含量测定方法很多,流动相多采用甲醇-水、乙腈-水、乙腈-水-冰醋酸和甲醇-磷酸二氢钾缓冲液等系统^[1-3]。经试验发现,本品用乙腈-水-冰醋酸 (14: 85.2: 0.8) 时芍药苷与杂质

峰分离情况最佳。

在提取芍药苷时,溶剂使用了流动相 50% 乙醇和甲醇进行试验。结果表明甲醇及 50% 乙醇作提取溶剂对芍药苷的提取较完全,且甲醇作溶剂时,供试品溶液过滤更容易,故将溶剂确定为甲醇。

本法中供试品溶液制备简单,不需分离等步骤,使样品测定快速、准确。

参考文献:

- [1] 中国药典 [S]. 2000 年版. 一部.
- [2] 卫生部药品标准 [S]. 中药成方制剂第 16 册.
- [3] 陈发奎. 常用中草药有效成分的含量测定 [M]. 北京: 人民卫生出版社. 1997.

HPLC 法测定五淋散中芍药苷的含量

刘志刚¹, 刘仲义^{2*}

(1. 四川大学化学学院, 四川 成都 610064; 2. 四川省药品检验所, 四川 成都 610036)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)03-0232-02

五淋散由黄连、赤芍、地黄、琥珀、地龙 5 味中药制成,用于湿热引起的尿频、尿急、尿痛等尿路感染症。本品标准尚无含量控制指标。赤芍为处方之臣药,投料量较大,芍药苷为赤芍的主要活性成分,在生药中含量较高,且易溶于水,在水提浸膏制剂中含量较高,并且芍药苷具有血管扩张、抗炎等药理作用,与本品治疗作用一致,故测定其含量,能够控制本品的内在质量。芍药苷含量测定多采用 HPLC 法^[1,2],但存在峰形偏差,方法重现性不够理想的问题。本实验采用的 HPLC 法测定五淋散中芍药苷的含量,通过色谱条件优化,取得了满意的效果。

1 仪器与试剂

美国 Waters 液相色谱仪 (Waters 515 泵, 486 检测器, 7725i 手动进样器, CHROMTEK 色谱工作站); 紫外分光光度计 (日本岛津)。

芍药苷对照品购自中国药品生物制品检定所 (含量测定用, 批号为 0736-9912); 五淋散由四川渔人制药有限公司提供, 20 g/袋, 批号: 20001201、20001202、20001203; 其它试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Waters Novapak C₁₈ (150 mm × 3.9 mm, 4 μm), 流动相: 乙腈-水-三乙

* 收稿日期: 2001-06-28

作者简介: 刘志刚 (1976-), 男, 吉林九台人, 分析化学专业硕士, 主要从事化学计量学在中医药方面应用的研究, 完成了西部天然药物多信息数据库的构建、维生素 E 的 QSAR 研究等, 目前从事中药指纹图谱的研究工作。

* 联系人

胺 (13: 87: 0.2, 磷酸调 pH 至 3.3), 流速: 0.8 mL/min, 柱温: 室温, 检测波长: 243 nm

2.2 线性关系: 精密称取芍药苷对照品适量, 用 50% 甲醇配制成 126 μ g/mL 芍药苷对照品溶液。分别精密吸取 2.5, 5.0, 7.5, 10.0 和 12.5 μ L 对照品溶液注入色谱仪。以峰面积积分值对进样量进行回归, 得回归方程: $Y = 1.6766X - 0.1264$, $r = 0.99992$ 。结果表明: 进样量在 0.315~1.575 μ g 范围内线性关系良好。

2.3 精密度与稳定性试验: 对照品溶液 (126 μ g/mL) 5 μ L 和供试品溶液 10 μ L 连续 5 次进样, RSD 分别为 1.05% 和 0.87%。在同一天内不同时间测定对照品和供试品溶液的浓度与含量, 结果表明对照品和供试品溶液在室温条件下放置 24 h, 芍药苷的浓度没有明显改变。在实验中也曾发现对照品溶液在冰箱中保存一个月, 其浓度基本不变。

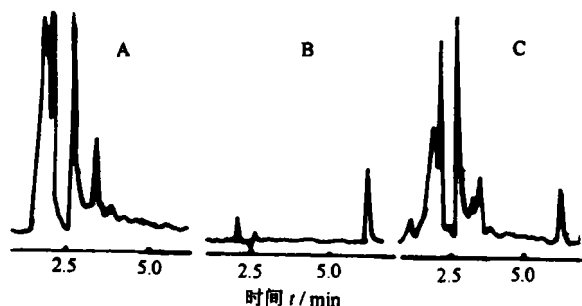


图 1 阴性液 (A)、对照品 (B) 及供试品 (C) 色谱图

2.4 专属性实验: 按上述方法实验, 缺赤芍阴性空白、对照品、供试品色谱图对比, 如图 1, 表明在芍

药苷峰处基本无干扰, 故本法具备实验的专属性。

2.5 回收率试验: 取供试品 (批号: 20001201) 1 g, 精密称定, 加芍药苷对照品适量, 按上述色谱条件测定, 平均加样回收率为 99.2%, RSD 为 1.7% ($n = 6$)。

2.6 样品的测定: 按上述色谱条件, 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L, 分别注入液相色谱仪测定, 测定 3 批样品, 按外标法进行测量, 芍药苷含量及 RSD 分别为: 1.07%, 0.93% (20001201); 1.23%, 0.81% (20001202); 2.19%, 0.69% (20001203)。

3 讨论

3.1 由于处方组合相当复杂, 未找到合适的内标物, 芍药苷含量测定按外标法进行计算。

3.2 其他实验条件不变, 将乙腈-0.1% 磷酸溶液 (15: 85) 和甲醇-水-异丙醇 (34: 66: 0.5) 两流动相与本色谱条件进行比较, 结果, 本色谱条件的重现性好, 芍药苷峰对称性更好。采用不同品牌的色谱柱, 效果相同。

3.3 由于供试品为水提浸膏剂制成的颗粒剂, 考虑到芍药苷的溶解行为, 用同一批供试品 (批号: 20001202) 分别对提取溶剂和提取时间进行考察, 芍药苷含量测定的最佳提取条件为: 以 70% 甲醇作为提取试剂, 超声处理 10~30 min。本文采用 10 min。

参考文献:

- [1] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.
- [2] 中国药典 [S]. 2000 年版. 一部.

蒽酮-硫酸法测定亮菌糖浆中多糖的含量

李绍平¹, 黄赵刚¹, 张平¹, 屈成明^{2*}

(1. 安徽医科大学第一附属医院 药剂科, 安徽 合肥 230022; 2. 安徽杰明生物制剂有限公司, 安徽 淮南 232007)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)03-0233-02

亮菌糖浆为白磨科密环菌属假密环菌 *Amitriella tabescens* (Scop. ex. fr) Sing 经固体发酵, 提取浓缩后制成的口服制剂, 主要用于急、慢性肝炎及胆道疾病的治疗^[1,2]。多糖为其主要活性成分之一, 具有保肝^[3,4]、防辐射^[5]和抗肿瘤^[6]等作用。为了控制亮菌糖浆的质量, 本实验采用蒽酮-硫酸比色法

对其多糖含量进行了测定。

1 仪器与药品

岛津 UV-2501 紫外分光光度计, 试剂均为 AR 级, 葡聚糖 (相对分子质量为 188 000) 为 Sigma 公司产品。

2 方法和结果