

3.1 及 3.2 项下进行测定,结果见表 1。

表 1 样品含量测定

批号	总大黄素含量(%)					平均含 RSD	
	1	2	3	4	5	量(%)	(%)
920902	0.0104	0.0112	0.0107	0.0108	0.0110	0.0108	2.80
920903	0.0125	0.0121	0.0124	0.0120	0.0126	0.0123	2.10
920906	0.00931	0.00928	0.00906	0.00919	0.00920	0.00928	1.06
920908	0.00892	0.00985	0.00921	0.00918	0.00907	0.00907	1.21
920910	0.0136	0.0131	0.0135	0.0129	0.0133	0.0133	2.16

4 讨论

4.1 据文献^[6]报道,制何首乌中大黄素含量炮制时间越长,降低越多,并对首乌九蒸九晒

炮制方法提出异议。本文用大黄素为定量指标,控制本产品质量是可行的。

4.2 样品经水解后用乙醚提取而易产生乳 化,影响含量,故以氯仿提取为好。

参 考 文 献

1 北京医学院等编. 中草药化学成分. 北京:人民卫生出版社,1980
2 何丽一,等. 药学报,1980,15(9):555
3 Paris, et al. Ann Pharm Franl,1958,16:561
4 王慕邹,等. 药学报,1963,10(12):720
5 丁安伟,等. 中药通报,1988,13(5):293
6 叶定江,等. 中药通报,1986,11(12):727

(1998-12-25 收稿)

HPLC 法测定高三尖杉酯碱含量

西安天诚医药生物工程有限公司(710075) 刘 莹

高三尖杉酯碱是从粗榧科植物华粗榧或其同属植物的叶、枝或果实中提取的生物碱。它是抗恶性肿瘤的原料药物。

目前,我国分析高酯碱的含量是采用中国药典的紫外分光光度法,为非专一性的检测方法,不能观察杂质情况。国内还没有用 HPLC 法测定的报道,我们采用反相 HPLC 法测定高酯碱的含量,为高酯碱的研究提供了一个准确、简便的测定手段,而且适用于出口高脂碱的质量控制。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂:岛津 LC-10A 高效液相色谱仪,紫外检测器,岛津 2101PC 紫外扫描仪。甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。高酯碱对照品:中国药品生物制品检定所。

1.2 色谱条件:色谱柱:YWG-C₁₈H₁₇ 250 mm×4.6 mm(天津化学试剂二厂),流动相:0.0008 mol/L 碳酸铵溶液-甲醇(42:58),用 36%醋酸调 pH 至 7~8,检测波长:290 nm,流速:1.0 mL/min。

1.3 对照品溶液配制:精密称取高酯碱对照品约 10 mg 置 50 mL 容量瓶中,加甲醇适量溶解并稀释至刻度,摇匀。

1.4 样品溶液制备:精密称取样品约 10 mg 置 50

mL 容量瓶中,加甲醇适量溶解并稀释至刻度,摇匀。

2 实验结果

2.1 标准曲线:精密量取对照品溶液 5,10,15,20, 25 μ L,分别注入色谱仪,记录峰面积,经分析,高酯碱在进样量为 0.5~25 μ g 的范围内呈线性关系,回归方程为:Y=36800+658441X,r=0.997。

2.2 回收率:取 5 份样品各 5 mg,置 50 mL 容量瓶中,各精密加入对照品溶液 2 mL,同上述方法处理,测得 5 次平均回收率为 100.56%,RSD 为 2.31%。

2.3 精密度:精密度实验结果 RSD 为 1.12%(n=6)。

2.4 样品分离:准确吸取对照品溶液和样品溶液各 10 μ L,分别注入液相色谱仪,高酯碱出峰时间为 7.70 min,采用外标法计算含量,结果样品 1 为 99.56%,样品 2 为 99.50%,样品 3 为 99.36%,样品 4 为 99.45%。

3 讨论

3.1 最大吸收的选择:以紫外全波长扫描结果高酯碱在 290 nm 处有最大吸收,故选用 290 nm。

3.2 用 HPLC 法测定高酯碱含量,稳定,重现性好,灵敏度高,为出口高酯碱的质量提供了保障。

(1999-03-18 收稿)