

冠心苏合丸含量测定方法的研究

汤玮珉*

(上海市浦东新区公利医院,上海 200135)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)07-0610-02

冠心苏合丸是中国药典 1995年版一部收载的品种,其处方由苏合香、冰片、乳香(制)、檀香、青木香组成。原质量标准中无含量测定,应增订冰片的含量测定。根据文献报道,经研究后拟订用气相色谱法,正十五烷作为内标,以内标法测定冰片的含量。

1 仪器、试剂和样品

岛津 GC-15A型气相色谱仪,岛津 C-R4A积分仪;内标物正十五烷(英国 Adranced Technology & industrial company 生产,批号 10008388);冠心苏合丸(上海中药制药一厂生产,共 8批)。

2 实验方法

2.1 色谱条件:以聚乙二醇-20M 为固定液,涂布浓度为 10%,柱温为 140℃,进样口温度 240℃,FID 检测器温度为 240℃;载气:氮气,流速 45 mL/min;氢气,58.8 kPa;空气 49 kPa;灵敏度:10³;衰减:0;纸速:25 mm/min

按上述色谱条件,进样 1μL,结果冰片与内标峰达到基线分离,内标峰与冰片峰的分度度大于 2.0,理论板数按正十五烷峰计算在 1500,拟订色谱条件理论板数不低于 1200

2.2 标准曲线和线性测定

2.2.1 对照品溶液和内标溶液的制备:对照品溶液的制备:取冰片对照品适量,精密称定,加醋酸乙酯配成 10 mg/mL 冰片的溶液,备用。

内标溶液的制备:取正十五烷约 0.36 g,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

2.2.2 标准曲线制备:精密量取上述对照品溶液 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 和 2.5 mL,分别置于 5 mL 量瓶中,各加内标溶液 1.0 mL 加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀。取 1μL 注入气相色谱仪,以冰片浓度为横坐标,冰片与内标物的色谱峰面积比值纵坐标,绘制标准曲线,回归方程: $Y = 0.03796X + 0.59702$, $r = 0.9999$ 测定的结果表明,冰片在 1.0~5.0 mg/

mL 范围内其浓度与冰片对内标物的色谱峰面积比值呈良好的线性关系。

2.3 精密度试验:精密量取上述对照品溶液 1.5 mL 和内标溶液 1.0 mL,置 5 mL 量瓶中,加醋酸乙酯至刻度,摇匀,取 1μL,重复进样 5 次,结果 $f = 1.19015$, RSD 为 0.5% ($n = 5$)

2.4 重现性试验:取本品批号 A980410,按含量测定方法,重复测定 5 次,结果 $RSD = 1.6%$ ($n = 5$)

2.5 样品溶液的稳定性:取供试品溶液,按含量测定方法测定,冰片峰面积值为 39699,经放置 60 min 再测定为 39853,说明溶液放置 1 h 后仍稳定。

2.6 加样回收率试验:取批号为 A980410 的样品(含量为 12.76%),精密称取约 0.1 g,精密加入冰片对照品 8 mg 以及内标溶液 1 mL,作加样回收率试验,结果回收率为 101.2%, $RSD = 1.3%$ ($n = 5$)

2.7 含量测定:校正因子测定:取正十五烷适量,加醋酸乙酯溶解并稀释成每 1 mL 中含 7 mg 的溶液,作为内标溶液。另取冰片对照品适量,加醋酸乙酯溶解并稀释成每 1 mL 中含 8 mg 的溶液。精密量取对照品溶液 1 mL,置 5 mL 量瓶中,精密加入内标溶液 1 mL,加醋酸乙酯至刻度,摇匀,取 1μL 注入气相色谱仪,计算校正因子。

测定法:取样品 0.1 g,精密称定,置 5 mL 量瓶中,加醋酸乙酯适量振摇,精密加入内标溶液 1 mL,加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,静置,取上清液 1 μL,注入气相色谱仪,以内标法计算,结果见表 1

表 1 样品测定结果 (毫克/粒)

样品批号	含量	样品批号	含量
9601076A1	99.8	A980402	111.4
9601295A1	91.3	A980405	100.1
96021302A1	89.6	A980407	106.4
980401	100.2	A980410	101.4

3 讨论

3.1 本法用气相色谱法,以正十五烷为内标,内标峰与冰片的分离度大于 2.0,理论板数按内标峰计

算在 1 500 左右,线性关系良好,测得结果准确可靠,可为其它含冰片中药制剂的定量分析提供参考

3.2 通过对 8 个批号样品的测定,含量每粒均在

80 mg 以上。因此,此制剂含量限度拟定为每粒不得少于 80 mg

HPLC 法测定健儿消食口服液中黄芩苷的含量

张洁玫¹,罗丽娟²,陈美清^{1*}

(1. 汕头金石制药厂,广东 汕头 515041; 2 汕头市药检所,广东 汕头 515041)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)07-0611-02

健儿消食口服液是由黄芩、黄芪、白术、陈皮、麦冬等 7 味药材制成的中成药,具有健脾益胃,理气消食的功效,临床上用于小儿饮食不节损伤脾胃引起的纳呆食少,脘胀腹满,手足心热,自汗乏力,大便不调,以至厌食、恶食等症。原部颁标准只规定了其中两味药的定性检查;我们建立了 HPLC 法测定其中有效成分黄芩苷的含量,结果准确、可靠、操作简便,可用于该产品的质量控制

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: HP Series 1100 泵及检测器, Rheodyne 进样器,数据处理软件为 Hp 积分仪;黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 9806),试剂均为分析纯,水为蒸馏水;健儿消食口服液:由汕头金石制药总厂提供,批号 991206, 991207, 991208

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件^[1]: 色谱柱:十八烷基硅烷键合硅胶(Prodigy ODS);流动相:甲醇-水-冰醋酸(48:56:1.5);流速:1.2 mL/min;检测波长:280 nm;柱温:35°C;理论塔板数按黄芩苷峰计算应不低于 2000

2.2 溶液的配制^[2]

2.2.1 对照品溶液:精密称取黄芩苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 0.7 mg 的溶液,再用流动相稀释成每 1 mL 含 70.0 μg 的溶液

2.2.2 供试品溶液:精密量取本品溶液 5 mL,置 50 mL 容量瓶中,精密加水 15 mL,加冰醋酸 0.5 mL,再加甲醇约 46 mL,摇匀,超声 5 min,放冷继续加甲醇稀释至刻度,摇匀,离心(3000 r/min) 10 min,取上清液作为供试品溶液

2.3 线性关系考察与标准曲线的绘制^[3]:取黄芩苷对照品 35.6 mg,精密称定,置 50 mL 容量瓶中,加入甲醇适量,摇匀,超声处理 10 min,放冷继续加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为贮备液(0.712 mg/mL),分别精密吸取该贮备液 1.0, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5 mL,各置于 50 mL 的量瓶中,用流动相稀释成系列浓度对照品溶液。依次进样,得峰面积响应值与进样浓度 C (mg/mL) 进行回归,得线性方程 $A = 2.62 \times 10^7 C - 6.69 \times 10^3$, $r = 0.99997$,表明当黄芩苷进样量在 0.284~3.560 μg 之间时,其峰面积响应值与黄芩苷的进样量有良好的线性关系。

2.4 精密度测定:取浓度为 0.0712 mg/mL 的对照品溶液重复进样 6 次,测得峰面积平均响应值应为 1 855 066, $RSD = 0.013\%$ 。

2.5 稳定性试验:

2.5.1 日内稳定性试验:取浓度为 0.712 mg/mL 的对照品溶液,在配制的当天,每 2 h 测定一次,共测 4 次,测得平均峰面积响应值为 1 852 606, $RSD = 0.2\%$,即 8 h 内含量测定结果稳定。

2.5.2 日间稳定性试验:同上测定,每天测一次 $RSD = 0.29\%$,3d 内含量仍稳定。

2.6 回收率试验:分别精密量取 991207 批样品(含量为 0.791 mg/mL) 5 mL 及浓度为 0.712 mg/mL 的黄芩苷对照品贮备液 5 mL,置 50 mL 容量瓶中,加水 15 mL,冰醋酸 0.5 mL,加甲醇稀释至刻度,摇匀,共 5 份,依法进样测定,测得平均回收率为 99.77%, $RSD = 0.81\%$ 。

2.7 重现性试验:取 991207 批的样品 6 份,制成供试液,分别进样测定,得平均峰面积响应值为

* 收稿日期: 2000-09-21

作者简介:张洁玫,1991年毕业于广东药学院药学专业,学士,现就职于汕头金石制药总厂,主管药师,主要负责技术开发 Tel: 0754-8816400 E-mail: grass8@21cn.com