

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 仪器与试药

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℃;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: gass8@21cn.com

2 073 874, $RSD=0.56\%$,说明该方法重现性较好。
2.8 空白试验与供试品含量测定:精密量取不含黄芩的阴性对照品,按“供试品溶液的制备”项下操作,精密吸取 $20\mu\text{L}$,进样测定。结果表明:阴性样品在黄芩苷出峰处无干扰峰,流动相对也无干扰。

取 3 个批号的健儿消食口服液各 5 mL ,按“含量测定方法”依法操作,结果见表 1

表 1 3批供试品含量 (mg/mL)		
供试品批号	峰面积	含量
991206	2073874	0.792
991207	2057392	0.787
991208	2051065	0.784

5 讨论

在本文所介绍的溶液的制备方法和色谱条件下,健儿消食口服液中的黄芩苷峰分离完好,辅料对主峰测定不干扰,该方法具有样品前处理简单、灵敏度高、结果准确可靠的优点,可作为健儿消食口服液的质量控制分析方法。

参考文献:

[1] 中国药典 2000年版一部 [S].
[2] 马丽,冷爱晶.黄芩在中成药制剂中含量测定方法研究进展[J].时珍国药研究,1998,9(2): 182.
[3] 郭晏华.高效液相色谱法测定益气口服液 中黄芩苷含量 [J].时珍国药研究,1999,10(4): 317.

HPLC法测定头痛安冲剂中天麻素的含量

张永林,鲍燕燕,凌云,乔晋琳,李炳文*
(海军总医院药剂科,北京 100037)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253- 2670(2001) 07- 0612- 02

头痛是临床内科的常见病,多发病。西医治疗头痛主要是解热镇痛类药物,但此类药有一定副作用,因此我们研究了治疗头痛的中药制剂头痛安冲剂,临床疗效良好,并已获得海军制剂文号 (98)海制 FP01003号。本文利用 HPLC法测定头痛安冲剂中主药天麻中天麻素的含量,具有方便快捷、快速准确的特点,可作为该制剂的质量标准。

1 仪器和试剂

1.1 仪器:美国 HP1090M 型高效液相色谱仪,二阶阵列检测器,300系列微处理机;GX 型超声波清洗机。

1.2 试剂:头痛安冲剂由本科配制,主要含天麻、石决明、白僵蚕、川芎和红花等;天麻素对照品由中国药品生物制品检定所提供。甲醇为色谱纯,冰醋酸为分析纯,水为重蒸去离子水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: YMC-ODS ($6\text{ mm}\times 150\text{ mm}$, $5\mu\text{m}$),流动相: 甲醇-0.3%冰醋酸溶液 (8:92),检测波长: 220 nm ,柱温: 40°C ,流速: 0.5 mL/min ,灵敏度 0.1 AUFS ,天麻素在此色谱条件下保留时间 $t_R=14.834\text{ min}$ 。

2.2 标准曲线:精密称取天麻素对照品 5 mg ,置

10 mL 量瓶中,加甲醇溶液并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液备用。精密吸取对照品溶液 $0.5\sim 2.5\mu\text{L}$,注入 HPLC 仪,绘制标准曲线,得一接近通过原点的直线,其回归方程为 $Y=2\,702.91X+21.309$, $r=0.999\,9$,具有良好的线性关系。

2.3 回收率试验和精密度:采用加样回收法,精密称取已知含量的头痛安冲剂 10 g ,分别添加天麻素对照品,按“样品含量测定”项下的方法进行,结果平均回收率为 99.92% , $RSD=2.19\%$ ($n=5$)。

2.4 精密度试验:精密称取样品 5 份,按“样品含量测定”项下的方法进行处理测定,考察方法的精密度,为 $RSD=0.65\%$ 。

2.5 样品含量测定:精密称取头痛安样品 10 g ,置 50 mL 具塞三角瓶中,加入甲醇超声提取两次各 30 min ,合并提取液,经微孔滤膜过滤后,取 $10\mu\text{L}$ 注入 HPLC 仪分析,依法测定峰面积,代入回归方程计算其含量,结果见表 1。

表 1 头痛安冲剂的含量测定结果 ($n=3$)			
批号	含量 (mg/g)	平均值 (mg/g)	$RSD(\%)$
970317	0.5138	0.5156	0.12
970416	0.5210		0.23
970508	0.5120		0.14

* 收稿日期: 2000-11-27