

中,用流动相稀释至刻度。精密量取此溶液适量,用流动相稀释并制成 0.40 mg/mL 的溶液,加入精密称量的多烯紫杉醇原料药适量,振荡充分溶解,进样 10 μ L,记录色谱图,重复进样 3 次,用外标法以峰面积计算多烯紫杉醇的回收率。同法分别配制 0.32 和 0.48 mg/mL 的多烯紫杉醇溶液,加入多烯紫杉醇原料药适量,同法测定,结果见表 1。

表 1 多烯紫杉醇回收率实验结果 (n= 3)

浓度 (mg/mL)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.32	100.5	4.3
0.40	101.2	3.6
0.48	100.7	2.1

2.6 多烯紫杉醇及注射浓缩液含量测定: 分别取各供试品溶液及对照溶液,各进样 10 μ L,记录色谱图(图 1),按外标法以峰面积计算,即得。

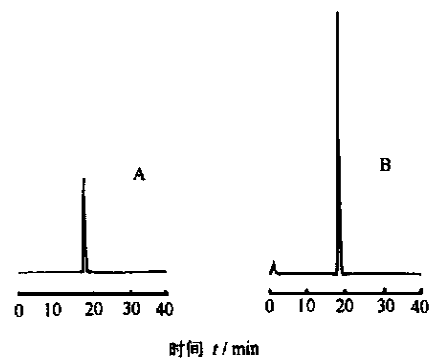


图 2 多烯紫杉醇含量测定 (A)及有关物质检查 (B)的色谱图

2.7 多烯紫杉醇及注射浓缩液有关物质测定
2.7.1 原料药: 取多烯紫杉醇适量,精密称定,加流动相制成 1.0 mg/mL 的溶液,作为供试品溶液;取适量,加流动相制成 0.02 mg/mL 的溶液,作为对照溶液。取对照溶液 10 μ L 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高为满量程的 10%;再取供试品溶液 10 μ L 注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分保留时间的 2 倍。

表 2 含量及有关物质测定结果 (%)

批号	剂型	含量	有关物质
TD991203	原料药	98.83	< 2
TD991214	原料药	98.65	< 2
TD991225	原料药	98.76	< 2
TD00311	注射剂	101.34	< 3
TD00318	注射剂	102.05	< 3
TD00326	注射剂	101.32	< 3

2.7.2 注射浓缩液: 取本品作为供试品溶液。照 2.7.1 项下的方法测定。

3 讨论

3.1 波长的选择: 用流动相溶解样品,在紫外 200~400 nm 之间测定吸光度,多烯紫杉醇在 230 nm 波长处有最大吸收,故选择 230 nm 作为测定波长。

3.2 溶液稳定性: 对照品溶液及供试品溶液在室温保存 24 h 后测定,结果不变。

参考文献:

[1] Ringel I, Horwitz S B. Studies with RP 56976 (Taxotere): a semi-synthetic analog of taxol[J]. J Natl Cancer Inst, 1991, 83: 288.
[2] 中国药典[S]. 2000 年版,二部附录 VD.

牙敏宁喷雾剂黄芩苷含量测定的研究

王鑫波¹, 竹剑平²

(1. 浙江省临安市中医院, 浙江 临安 311300; 2. 浙江省中医药研究院, 浙江 杭州 310007)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)11-0992-02

牙敏宁喷雾剂是由著名老中医朱古亭教授的经验方改剂而成,主要由黄芩、延胡索、丁香、牡丹皮等 7 味中药组成,具有散风清热,凉血止痛功能,用于缓解牙周病及牙本质过敏引起的疼痛。黄芩为君药,黄芩苷为黄芩的主要有效成分,具有抗菌、抗病毒、抗过敏作用,因此采用 HPLC 法测定样品中黄芩苷

的含量,以控制样品质量。

1 仪器和试剂

仪器: SP8810 高效液相色谱仪 (美国), N 2000 色谱数据处理软件;

试剂: 甲醇 (色谱纯), 水为重蒸水, 其它试剂均为分析纯。黄芩苷对照品, 供含量测定用, 由中国药

品生物制品检定所提供。

样品: 牙敏宁喷雾剂 (杭州西泠医药保健品厂), 方法学研究使用的批号为 2000722

2 实验方法与结果

2.1 紫外吸收波长的研究: 黄芩苷对照品溶液在 277 nm 处有最大吸收, 故本含量测定项选择 277 nm 作为检测波长。

2.2 色谱条件: 色谱柱: Suntek Kromasil C₁₈ (250 mm× 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 甲醇-0.5% 磷酸水溶液 (53: 47); 检测波长: 277 nm; 流速: 1.0 mL/min 样品中黄芩苷含量测定的流动相选择甲醇-0.5% 磷酸水溶液 (53: 47) 为流动相 黄芩苷峰的 t_R 约为 13 min

2.3 线性关系考察: 精密吸取黄芩苷对照溶液 0.051 5, 0.103 0, 0.206 0, 0.412, 0.618 μ g, 注入高效液相色谱仪, 按上述色谱条件进行测定, 以黄芩苷吸收峰面积的积分值为纵坐标 Y , 进样量 X (μ g) 为横坐标, 绘制标准曲线, 线性回归方程: $Y = 52\,138.9 + 1\,727\,153X$, $r = 0.999\,9$, 在 0.051 5~0.618 μ g 范围内呈线性关系。

2.4 对照品溶液与供试品溶液的制备: 对照品溶液的制备: 精密称取黄芩苷对照品适量, 加 50% 甲醇水溶液, 制成每 1 mL 含黄芩苷 20.6 μ g 的溶液。

供试品溶液的制备: 取牙敏宁喷雾剂 1.0 mL,

置 10 mL 容量瓶中, 加入 50% 甲醇水溶液至刻度, 摇匀, 经 0.45 μ m 的微孔滤膜滤过, 作为供试品溶液

2.5 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 10 μ L, 注入高效液相色谱仪, 测定 6 次, 得样品中黄芩苷的平均含量为 0.184 mg/mL, $RSD = 1.90\%$ 。

2.6 稳定性试验: 精密吸取供试品溶液 10 μ L, 每间隔 60 min 进样 1 次, 测定 5 次后, 再过 24 h 测定 1 次, 结果表明供试品溶液在 24 h 内基本稳定, $RSD = 2.39\%$ ($n = 6$)。

2.7 重现性试验: 取同批号牙敏宁喷雾剂 6 份, 依法测定, 结果平均含量为 0.178 mg/mL, RSD 为 2.09%。

2.8 回收率试验: 精密吸取供试品 0.5 mL 加入到 10 mL 的容量瓶, 精密加入黄芩苷对照品适量, 加 50% 甲醇水溶液稀释至刻度, 按供试品溶液制备法制备, 依法测定, 平均回收率为 101.87%, RSD 为 1.49% ($n = 6$)。

2.9 样品测定: 精密吸取供试品溶液 10 μ L, 注入高效液相色谱仪, 测定黄芩苷含量, 结果 10 批平均含量为 0.17 mg/mL, $RSD = 0.98\%$ 。

2.10 限量的制定: 根据 10 批样品测定结果: 每 1 mL 牙敏宁喷雾剂含黄芩以黄芩苷 ($C_{21}H_{18}O_{11}$) 计) 不得少于 0.12 mg

测定大黄蒽醌类成分样品制备方法的研究

魏俊峰¹, 王乃婕², 伍孝先¹, 王洪志¹

(1. 天津市中西医结合急腹症研究所, 天津 300100; 2. 天津乐仁堂制药厂, 天津 300122)

中图分类号: TQ461, R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)11-0993-03

大黄中含有多种化学成分, 其中以蒽醌衍生物最能代表大黄的泻下、抑菌、止血等作用。此类成分测定方法, 本文参考文献^[1,2], 对用氯仿回流提取游离型蒽醌和用硫酸水解蒽苷氯仿抽提的方法进行了研究

1 仪器和材料

仪器: Shimadzu LC-10A 高效液相色谱仪。

对照品: 芦荟大黄素 (aloe-emodin), 大黄酸 (rhein), 大黄素 (emodin), 大黄酚 (chrysophanol),

大黄素甲醚 (physcion) 购自中国药品生物制品检定所。

试剂: 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其他试剂均为分析纯。

样品: 本实验所用大黄药材样品由作者购自不同产地, 经北京大学医学部药学院邢俊华教授鉴定为蓼科植物掌叶大黄 *Rheum palmatum* L. 的干燥根及根茎。

2 方法和结果