

溶液,最终选用甲醇-水-磷酸(87:13:0.2)为流动相,结果 20(S)-人参皂苷 R_{h2} 峰与其它峰完全达到

基线分离,使定量结果准确

RP-HPLC法测定翳障消胶囊中黄芩苷的含量

彭 勋¹,韩晓燕¹,温 敏²,单国存²,刘静洁^{2*}

(1. 秦皇岛市第三医院,河北 秦皇岛 066000 2. 秦皇岛市药品检验所,河北 秦皇岛 066000)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)03-0230-02

翳障消胶囊由柴胡、黄芩、菊花等中药制成,具有疏散风寒、退赤消翳之功效,用于治疗角膜炎、角膜溃疡等,疗效较好。针对处方中的黄芩,本实验采用高效液相色谱法进行了黄芩苷的含量测定^[1-3]。

1 仪器与试药

SP-8810高效液相色谱仪, Spectra 100型 UV-Vis 检测器, TL9900色谱工作站。黄芩苷对照品(含量测定用,中国药品生物制品检定所,批号 715-200010)。翳障消胶囊为秦皇岛市中医院生产。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Kromasil C₁₈ (200 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-磷酸(50:50:0.3), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 280 nm, 柱温: 30℃, 理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 3500。

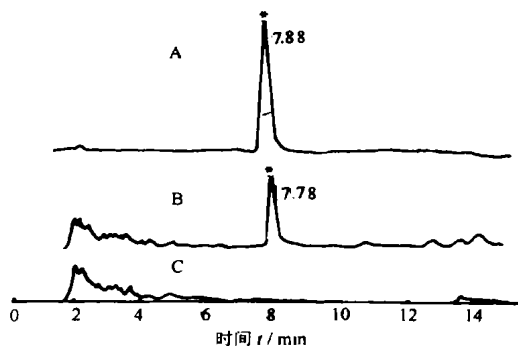
2.2 对照品溶液的制备: 精密称取在 60℃减压干燥 4h 的黄芩苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 60 μg 的溶液,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品 10 粒内容物,混匀,精密称取 0.75 g,置 100 mL 量瓶中,加 50% 甲醇适量,超声处理 30 min,放冷,加 50% 甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,弃取初滤液,取续滤液作为供试品溶液。

2.4 阴性对照液的制备: 制不含黄芩的阴性制剂样品,按供试品制备的方法制备阴性对照液。

2.5 线性关系考察: 精密称取在 60℃减压干燥 4h 的黄芩苷对照品 11.30 mg,置 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密吸取此溶液用甲醇稀释并配制成每 1 mL 含黄芩苷 2.26, 11.3, 33.9, 56.5, 90.4 μg 的对照品溶液。分别吸取 10 μL,按上述色谱条件测定,以峰面积积分为纵坐标,黄芩苷

量为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为: $Y = 482062.8 + 592681.8X$, $r = 0.9998$,线性范围 2.26~90.4 μg。见图 1。



A 对照品 B 样品 C 阴性对照 * 黄芩苷

图 1 翳障消胶囊的 HPLC 图谱

2.6 精密度试验: 吸取对照品溶液(56.5 μg/mL) 10 μL,重复进样 5 次,测定峰面积积分值,结果 RSD 为 1.48%。

2.7 稳定性试验: 取供试品溶液,分别于制备后 0, 1, 2, 4, 6, 8, 12 h 依法测定,结果 RSD 为 1.71%。

2.8 加样回收试验: 精密称取已知含量的供试品粉末约 0.1 g,精密称定,置 100 mL 锥形瓶中,精密加入对照品溶液 2 mL,在水浴中加热至对照品的溶剂(甲醇)挥尽,按供试品溶液制备方法制备,测定,计算回收率,结果平均回收率为 99.79%, RSD 为 1.1% ($n = 6$)。

2.9 空白对照液的制备与测定: 除黄芩外,按处方比例称取其他各味药材,制成不含黄芩的制剂,与供试品同法制成阴性对照液,测定,见图 1 说明其他药材及辅料均不干扰黄芩苷的测定。

2.10 样品的测定: 分别精密吸取供试品溶液各 10 μL,依上述色谱条件测定,结果见表 1。

表 1 样品中黄芩苷的含量 ($n=4$)

批 号	黄芩苷的含量 (mg/粒)	RSD (%)
000608	2 630 0	1.89
000702	2 568 0	1.01
000805	2 690 0	1.46
000903	2 602 5	1.20
001006	2 628 0	1.34
001105	2 686 5	1.30

3 讨论

翳障消胶囊由于处方药味较多,成分复杂,生产单位一直未建立产品的质量标准,我们建立了操作简便的黄芩苷的含量测定方法,使其质量标准更趋

向科学化、规范化

考虑到原药材的产地不同,投料时的药用部位不同,以及储藏条件、仪器和操作误差等因素,将 6 批样品测得的含量进行换算,得该药的最低含量限量,即每粒含黄芩苷应不少于 2 327.9 mg

参考文献:

- [1] 中国药典 [S]. 2000年版.一部.
- [2] 郭绪林,王铁军,刘燕萍,等.反相高效液相色谱法测定耳聋胶囊和其丸剂中黄芩苷的含量 [J]. 中国中药杂志, 2000, 25(2): 93.
- [3] 刘令勉,郭贵强.用聚酰胺薄膜分离复方制剂中黄芩苷及其定量方法 [J]. 中草药, 1986, 17(9): 13.

HPLC法测定妇科十味片中芍药苷的含量

汤子孝¹,王旭东²,王利宾^{2*}

(1. 玉溪市人民医院,云南 玉溪 653100 2. 成都康弘制药有限公司,四川 成都 610041)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)03-0231-02

妇科十味片收载于部颁标准中药成方制剂中,由香附、当归、赤芍、白芍及元胡等 10味中药制成,具有舒肝理气、养血调经的功能。本文采用 HPLC 法测定其中赤芍、白芍中芍药苷的总量,以控制产品质量。

1 仪器与试剂

惠普 HP1100高效液相色谱仪, HP1100紫外检测器;芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号: 0736-200014,供含量测定用);乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯;妇科十味片由成都康弘制药有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Inertsil ODS-3 C₁₈柱 (150 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水-冰醋酸 (14: 85.2: 0.8); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 230 nm; 柱温: 30℃; 进样量: 10 μL。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取芍药苷对照品 19.33 mg,用甲醇溶解定容至 100 mL,作为贮备液,分别精密吸取此贮备液,加甲醇稀释配制成浓度为 4.83, 9.96, 19.33, 48.32, 96.65 μg/mL 的溶液。

2.3 供试品溶液及阴性对照品溶液的制备: 取本品,除去膜衣后,研细,精密称取 1.5 g,置 50 mL 具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25 mL,密塞,称定重量,

浸泡 1 h,超声处理 40 min,放冷,用甲醇补足减失的重量,摇匀,离心 (10 000 r/min),取上清液,用微孔滤膜 (0.45 μm) 滤过,取续滤液作为供试品溶液。按妇科十味片处方和制法,制成缺赤芍和白芍的阴性溶液。按上述色谱条件测定,绘制芍药苷对照品、供试品和阴性对照品的色谱图,在供试品色谱图中,与对照品色谱相应位置上有一相同保留时间的色谱峰,而阴性对照溶液在此保留时间无干扰 (见图 1)。

2.4 标准曲线与线性范围: 取上述各对照品溶液 10 μL 依次进样,记录色谱图,以峰面积值为纵坐标,进样量为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为:

$$Y = 1249.37X + 0.87826, r = 0.99999$$

2.5 精密度试验: 精密吸取同一对照品溶液 10 μL,重复进样 6 次,测定芍药苷的含量,结果 RSD 为 1.04%。

2.6 重复性试验: 取同一批样品 6 份,分别按供试品溶液制备方法制备,测定其芍药苷的峰面积, RSD 为 1.00%。

2.7 加样回收率试验: 精密称定供试品 (含量为 0.1004%) 0.75 g,加入芍药苷对照品适量,按供试品溶液制备方法制备,并按上述色谱条件测定,计算加样回收率。平均回收率为 99.18%, RSD 为 1.38% ($n=9$)。