

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] 刘勉勉,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)。

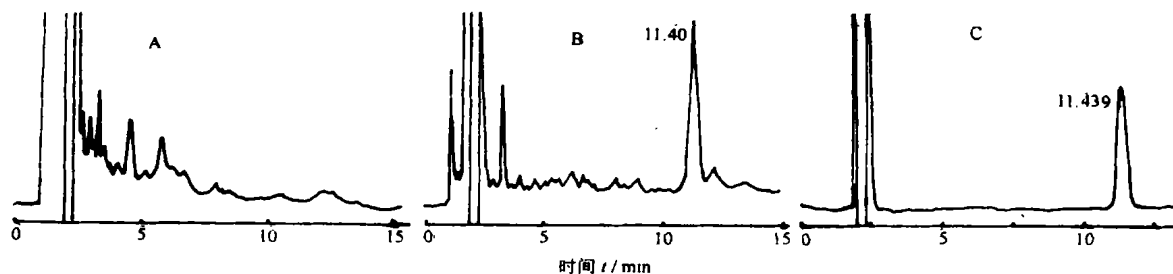
2.4 标准曲线与线性范围: 取上述各对照品溶液 10 μL 依次进样,记录色谱图,以峰面积值为纵坐标,进样量为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为:

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

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% ($n=9$)。



A-阴性对照 B-供试品 C-对照品

图 1 妇科十味片的 HPLC 图谱

2.8 样品含量测定:取 6 批样品,按上述供试品溶液制备方法 & 色谱条件进行测定,以外标法计算含量,结果见表 1

表 1 样品中芍药苷含量 (mg/g, $n=3$)

批 号	000301	000302	000303	010801	010802	010803
含 量	1.03	1.00	0.97	0.93	0.97	0.93

3 讨论

关于芍药苷的 HPLC 含量测定方法很多,流动相多采用甲醇-水、乙腈-水、乙腈-水-冰醋酸和甲醇-磷酸二氢钾缓冲液等系统^[1-3]。经试验发现,本品用乙腈-水-冰醋酸(14:85.2:0.8)时芍药苷与杂质

峰分离情况最佳。

在提取芍药苷时,溶剂使用了流动相 50% 乙醇和甲醇进行试验。结果表明甲醇及 50% 乙醇作提取溶剂对芍药苷的提取较完全,且甲醇作溶剂时,供试品溶液过滤更容易,故将溶剂确定为甲醇。

本法中供试品溶液制备简单,不需分离等步骤,使样品测定快速、准确。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 2000 年版. 一部.
- [2] 卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂第 16 册.
- [3] 陈发奎. 常用中草药有效成分的含量测定[M]. 北京:人民卫生出版社. 1997.

HPLC 法测定五淋散中芍药苷的含量

刘志刚¹, 刘仲义^{2*}

(1. 四川大学化学学院, 四川 成都 610064; 2. 四川省药品检验所, 四川 成都 610036)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)03-0232-02

五淋散由黄连、赤芍、地黄、琥珀、地龙 5 味中药制成,用于湿热引起的尿频、尿急、尿痛等尿路感染症。本品标准尚无含量控制指标。赤芍为处方之臣药,投料量较大,芍药苷为赤芍的主要活性成分,在生药中含量较高,且易溶于水,在水提浸膏制剂中含量较高,并且芍药苷具有血管扩张、抗炎等药理作用,与本品治疗作用一致,故测定其含量,能够控制本品的内在质量。芍药苷含量测定多采用 HPLC 法^[1,2],但存在峰形偏差,方法重现性不够理想的问题。本实验采用的 HPLC 法测定五淋散中芍药苷的含量,通过色谱条件优化,取得了满意的效果。

1 仪器与试剂

美国 Waters 液相色谱仪 (Waters 515 泵, 486 检测器, 7725i 手动进样器, CHROMTEK 色谱工作站); 紫外分光光度计 (日本岛津)。

芍药苷对照品购自中国药品生物制品检定所 (含量测定用, 批号为 0736-9912); 五淋散由四川渔人制药有限公司提供, 20 g/袋, 批号: 20001201、20001202、20001203; 其它试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Waters Novapak C₁₈ (150 mm × 3.9 mm, 4 μm), 流动相: 乙腈-水-三乙

* 收稿日期: 2001-06-28

作者简介: 刘志刚 (1976-), 男, 吉林九台人, 分析化学专业硕士, 主要从事化学计量学在中医药方面应用的研究, 完成了西部天然药物多信息数据库的构建、维生素 E 的 QSAR 研究等, 目前从事中药指纹图谱的研究工作。

* 联系人