

量瓶中,得黄芪甲苷对照品溶液。精密吸取此溶液 2, 6, 10, 14, 18, 20 μL , 分别进样各 3 次, 以浓度 C 对峰面积平均值 A 求出线性回归方程: $A = 2.868 \times 10^4 C + 1174$, $r = 0.9996$, 线性范围为 $1 \sim 10 \mu\text{g}$ 。

2.4 精密度试验: 以浓度为 2.010 mg/mL 的黄芪甲苷溶液连续 5 次进样 $4 \mu\text{L}$, 测定黄芪甲苷的含量, $RSD = 0.32\%$ 。

2.5 重现性试验: 对同一批样品平行分析 5 次, 黄芪甲苷平均含量为 $15.32 \mu\text{g/g}$, $RSD = 1.25\%$ 。

2.6 稳定性试验: 对同一样品, 在 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 h 进样, 测得黄芪甲苷峰面积 $RSD = 1.48\%$ ($n = 9$)。该样品于冰箱内保存, 每天进样一次, 连续 6 d, 样品稳定, 黄芪甲苷峰面积 $RSD = 1.38\%$ 。

2.7 加样回收试验: 精密称取复方补血胶囊样品 6 份, 每份约 1 g, 各加入黄芪甲苷对照品溶液 (2.010 mg/mL) $100 \mu\text{L}$ 。按样品测定项下进行操作, 结果平均回收率为 98.75% , $RSD = 0.3\%$ ($n = 6$)。

2.8 样品的含量测定: 取 $20 \mu\text{L}$ 供试品进样, 测定结果见表 1。

3 讨论

3.1 黄芪的主要有效成分为黄芪甲苷, 药典采用薄

层扫描法测定其含量^[2], 样品需经上柱处理, 操作烦

表 1 复方补血胶囊中黄芪甲苷的含量测定结果 ($n = 5$)

Table 1 Astragaloside I in Fufang Buxue Capsule ($n = 5$)

批号	黄芪甲苷含量/ $(\text{mg} \cdot \text{g}^{-1})$	$RSD/\%$
20010815	11.05	1.83
20010626	12.60	2.50
20010417	13.51	1.53
20001205	15.43	2.73
20001008	15.68	2.50

琐。本实验采用 HPLC 法测定, 前处理简便, 其他杂质的干扰被消除, 方法可行, 测定结果准确可靠, 从而能有效地控制该成药的质量。

3.2 本研究曾用紫外检测器在 203 nm 处检测黄芪甲苷的含量, 但结果显示紫外检测法由于黄芪甲苷的最大吸收波长靠近紫外区末端, 因此要求乙腈在 200 nm 处的透光率应大于 90% , 否则无法测定。而示差折光检测法则消除了该问题, 且灵敏度高, 同时可以使用价廉的甲醇作流动相。

References:

[1] Wu Q F, Li G Y. Study on preparation procedure for Compound Buxue Capsule [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1997, 19 (5): 3-5.
 [2] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol iv.

HPLC 法测定双黄连滴丸中黄芩苷的含量

金 华, 宋新波, 李 彦, 刘 强*
 (天津中医学院, 天津 300193)

双黄连制剂为目前抗菌、抗病毒、退热的有效成药, 对呼吸道感染、肺炎、扁桃体炎等疾病治疗有非常理想的效果。双黄连滴丸系根据双黄连注射液改剂型而得, 由金银花、黄芩、连翘组成。黄芩苷是其有效成分。为了控制产品内在质量, 本研究采用 HPLC 法测定其中黄芩苷的含量。

1 仪器与试剂

日本 Shimadzu-10A 高效液相色谱仪; 甲醇为色谱纯, 冰醋酸为分析纯, 水为去离子水。黄芩苷对照品由中国药品生物制品检定所提供; 双黄连滴丸自制, 批号 970929, 971029, 971129。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 CLG-ODS ($250 \text{ mm} \times 4.6 \text{ mm}$, $10 \mu\text{m}$), 流动相为甲醇-冰醋酸-水 ($48:1:52$),

检测波长为 276 nm , 流速为 1 mL/min , 柱温为 $25 \text{ }^\circ\text{C}$ 。理论塔板数按黄芩苷峰计应大于 4 500。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取黄芩苷对照品 2.5 mg , 置 100 mL 容量瓶中, 加 50% 甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 样品溶液的制备: 取滴丸 10 粒于乳钵中, 研细混匀后, 精密称取 15 mg , 置 50 mL 容量瓶中, 精密加入 50% 甲醇适量, 超声提取 20 min , 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 取上清液作为样品溶液。用 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤, 弃去初滤液, 续滤液备用。

2.4 色谱行为: 分别取对照品溶液、供试品溶液 $10 \mu\text{L}$, 按上述色谱条件进样分析, 黄芩苷与双黄连滴丸中其他组分分离良好。色谱图见图 1。

2.5 标准曲线的绘制: 精密量取对照品溶液 1.0 ,

* 收稿日期: 2003-01-09

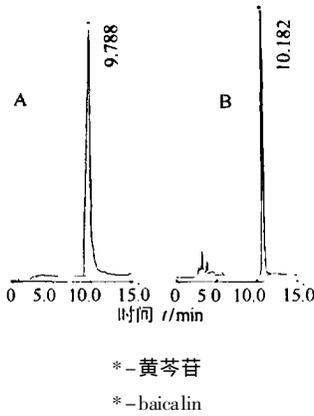


图 1 黄芩苷(A)和双黄连滴丸(B)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatograms of baicalin (A) and Shuanghuanglian Dropping Pill (B)

2. 0, 3. 0, 4. 0, 5. 0, 6. 0 mL 分别置 10 mL 容量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀。精密吸取 10 μ L 注入高效液相色谱仪中, 以峰面积为纵坐标, 黄芩苷的量为横坐标, 绘制标准曲线, 得到回归方程: $Y = 2356.87 + 1651741.99X$, $r = 0.9993$ 。结果表明: 黄芩苷在 0.0245~0.245 μ g 时, 进样量与峰面积呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验: 精密吸取样品溶液, 重复进样 5 次, 黄芩苷峰面积的 $RSD = 0.638\%$ 。

2.7 重现性试验: 取批号为 970929 的样品, 分别按样品制备项下方法操作, 制备样品溶液 5 份, 进样测定, 黄芩苷含量的 $RSD = 1.72\%$ 。

2.8 稳定性试验: 取对照品溶液 10 μ L, 每隔 2 h 进样 10 μ L, 进行 5 次, 黄芩苷峰面积 $RSD = 1.92\%$ 。

2.9 加样回收率试验: 取已知黄芩苷含量的双黄连滴丸, 研细, 精密称取约 15 mg, 共 6 份, 分别准确加入不同量的对照品, 各份均依样品测定项下方法测定, 计算得平均回收率为 99.21%, $RSD = 3.22\%$ 。

2.10 样品测定: 按样品溶液制备项下方法制备样品溶液。取 10 μ L 注入高效液相色谱仪, 记录色谱峰面积, 外标法计算, 结果 3 批样品中黄芩苷的含量为 4.11, 4.02, 4.06 mg/丸 ($n = 3$)。

3 讨论

黄芩苷含量的测定依据《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第十一册中双黄连注射液项下之规定进行。阴性空白对照试验表明, 进样量同为 10 μ L, 基质(聚乙二醇 4000)溶液仅略有吸收, 但吸收量小于 5% 样品吸收量, 并且溶于供试品液中的基质不影响黄芩苷出峰, 可见此测定方法仍具专属性。本测定方法方便、快速、重现性好, 结果准确可靠, 可用于该制剂的质量控制。

HPLC 法测定清肝利胆颗粒中厚朴酚的含量

何毅¹, 葛新^{2*}

(1. 江西萍乡铁路医院, 江西 萍乡 337055; 2. 江西南昌铁路中心医院, 江西 南昌 330002)

清肝利胆颗粒是由口服液改剂型研制而成, 由茵陈、厚朴、栀子、金银花、防己组成, 能清利肝胆湿热, 临床主治纳呆、胁痛、疲倦、乏力、尿黄、苔腻、脉弦、肝郁气滞、肝胆湿热未清等症^[1]。文献报道采用薄层扫描法测量厚朴酚含量^[2], 但由于影响薄层扫描测定结果因素多, 因此, 我们改用 HPLC 法测定厚朴酚含量。

1 仪器与药品

HP-1100 高效液相色谱仪, DAD 检测器, 四元梯度泵, HP 化学工作站, CQ-250 超声波清洗仪(上海船舶电子设备研究所), SimplicityTM 个人型超纯水系统(Millipore 公司); 厚朴酚对照品(含量测定用, 729-9805, 购自中国药品生物制品检定所), 清肝

利胆颗粒(江西弋阳制药厂), 其他试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: C_{18} 柱(250 mm \times 4.6 mm), 流动相为甲醇-水(65:35), 流速为 1 mL/min, 检测波长为 294 nm, 柱温为室温。在此条件下对照品、供试品在约 10 min 均有一色谱峰。

2.2 线性关系的考察: 精密称取在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的厚朴酚对照品 5.82 mg, 置 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得(每毫升含厚朴酚 0.582 mg)。精密吸取 0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀。分别吸取 20 μ L, 注入液相色谱仪中, 按上述色谱条件测定峰面积, 将浓度与峰面积进