

检测器时,由于磷酸沸点高、不易气化,加上与样品处理使用的氨试液残留部分形成盐,致使流动相基线吸收过大,降低了检测器的灵敏度,故本实验中使用甲酸代替磷酸。

3.4 流动相 pH 值对人参皂苷 R_e 、 R_{g1} 分离度的影响:将乙腈、水按比例(22:78)混合,调其 pH 值,以不同 pH 值的流动相分离样品。结果表明: $pH > 2.1$ 时分离度即符合要求,而且分离度随 pH 增大而增大,但保留时间延长,峰形变宽, $pH > 2.3$ 保留时间已达 46 min, $pH = 2.6$ 时人参皂苷 R_{g1} 、 R_e 峰已变

得十分平缓,难以积分。经试验,确定 pH 为 2.2。

References:

- [1] *Drug Specification Promulgated by Ministry of Public Health, P. R. China* (中华人民共和国卫生部药品标准) [S]. WS₃₋₁₇₇ (X-167)-99(Z). 1999.
- [2] Huang Y Z, Wang N S. Determination of ginsenoside R_{g1} 、 R_b and Panax notoginsenoside R_1 in compound Danshen Dropping Pill by HPLC-ELSD [J]. *Tradit Chin Drug Clin Pharmacol* (中药新药与临床药理), 2002, 13(3): 174-176.
- [3] Chen X R, Yu J W. Determination of ginsenoside R_{g1} and R_e in Red Ginseng and Yujing Capsula by HPLC-ELSD [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2001, 26(8): 544-546.

HPLC 法测定复方益肾颗粒中淫羊藿苷的含量

张林松

(镇江市药品检验所,江苏 镇江 212003)

复方益肾颗粒为临床验方,由淫羊藿、女贞子、菟丝子、肉苁蓉等药物组成,具有补肾强身的功效。用于腰酸足软、头晕耳鸣、阳痿遗精等症。其中淫羊藿为方中主药,而淫羊藿苷则又是淫羊藿的主要有效成分,因此本实验采用 HPLC 法测定淫羊藿苷的含量,为控制本制剂质量提供了可靠的实验依据。

1 仪器与试剂

LC—10A 高效液相色谱仪(日本岛津公司),SPD—10A 检测器,KQ—500E 型医用超声清洗器(昆山超声仪器有限公司)。淫羊藿苷对照品(中国药品生物制品检定所,供含量测定用,批号:0737-9910);复方益肾颗粒(自制)。乙腈、甲醇为色谱纯,其余所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱 YWG C_{18} (150 mm $\times$ 4.6 mm, 10 μ m);流动相为乙腈-水(30:70);体积流量为 1.0 mL/min;检测波长为 270 nm;柱温为 25 $^{\circ}$ C;进样量为 10 μ L。理论塔板数按淫羊藿苷计算不得低于 2 500。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取淫羊藿苷对照品 10 mg,置 100 mL 量瓶中,加甲醇使溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3 供试品溶液的制备:取本品,研细,称取 1.5 g,精密称定,置于具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇溶液 25 mL,称定质量,超声提取 1 h,放冷,擦干瓶外壁,

再称定质量,加稀乙醇溶液补足减少的质量,摇匀,滤过,取续滤液作供试品溶液。

2.4 阴性对照溶液的制备:按处方组成,剔除淫羊藿,按复方益肾颗粒的制备工艺,制成不含淫羊藿的阴性样品,按 2.3 项下方法,制成缺淫羊藿的阴性对照溶液。

2.5 线性关系考察:精密吸取上述淫羊藿苷对照品溶液 2、4、6、8、10 μ L,在上述色谱条件下测定峰面积值。以峰面积平均值对进样量进行回归处理,得回归方程: $Y = 1\ 962\ 960.25 X - 30\ 453.55$, $r = 0.999\ 7$,线性范围为 0.2~1.0 μ g。

2.6 精密度试验:取 0.6 mg/mL 淫羊藿对照品溶液 10 μ L,重复进样 5 次,测定,结果其峰面积 RSD 为 1.34%。

2.7 重现性试验:取同一批供试品溶液(批号 I)进行 5 次平行试验,测定淫羊藿苷的质量分数,结果其 RSD 为 2.12%。

2.8 稳定性试验:取供试品溶液(批号 I),每隔 2 h 进样 10 μ L,测定淫羊藿苷峰面积值,共测定 5 次,结果其 RSD 为 2.01%。表明供试品溶液在 8 h 内基本稳定。

2.9 加样回收率试验:取批号为 I 的复方益肾颗粒适量,研细,称取约 0.7 g 精密称定,置于具塞锥形瓶中,精密加入淫羊藿苷对照品稀乙醇溶液(0.031 12 mg/mL) 25 mL,按 2.3 项下方法处理,计算加样

回收率。结果平均回收率为 99.79%，RSD 为 1.96% ($n=5$)。

2.10 样品的测定：取淫羊藿苷对照品溶液(0.06 mg/mL)、供试品溶液各 10 μ L，进样，测定色谱峰面积，以外标法计算，色谱图见图 1，结果见表 1。

表 1 复方益肾颗粒中淫羊藿苷的含量 ($n=3$)
Table 1 Determination of icariin in Compound Yishen Granula ($n=3$)

批 号	淫羊藿苷/(mg · g ⁻¹)	RSD/%
I	1.185	2.03
II	1.209	2.28
III	1.125	1.92

3 讨论

本实验采用 HPLC 法能达到有效分离各组份的目的，且阴性对照试验证明在淫羊藿苷色谱峰处其他成分无干扰。本法具有灵敏度高、操作简单、分

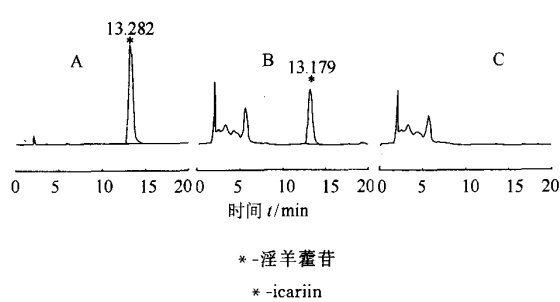


图 1 淫羊藿苷对照品(A)、复方益肾颗粒(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of icariin reference substance (A), Compound Yishen Granula (B), and negative sample (C)

离效果好等优点，可作为复方益肾颗粒的含量测定质量控制标准。

薄层扫描法测定紫龙金片中黄芪甲苷的含量

郭景强¹，牛瑞杰²，黄桂芬²

(1. 天津市药品检验所，天津 300070；2. 天津隆顺裕制药厂，天津 300232)

紫龙金片为国家药品监督管理局于 2001 年批准生产的三类抗癌中药，具有益气养血、理气化痰之功效。适应于原发性肺癌气血两虚证或兼有瘀热的化疗患者，能够显著改善生活质量，提高免疫功能，减轻化疗引起的白细胞下降和肝肾毒副反应之功效。紫龙金片由黄芪、丹参、龙葵、郁金等药物组成。方中君药黄芪益气养血、脱毒，主要含有黄芪皂苷、异黄芪皂苷和大豆皂苷等皂苷类成分及多糖类成分、黄酮类成分、氨基酸和无机盐等。在黄芪有效成分的含量研究方面，主要是对其中所含黄芪甲苷进行测定，其中以黄芪甲苷的薄层色谱法测定较为成熟，故本实验对该制剂中的黄芪甲苷含量采用薄层色谱法测定。

1 仪器与材料

岛津 CS—9301 薄层扫描仪，高效薄层板(烟台化工研究所)，试剂均为分析纯，紫龙金片由天津中新药业集团股份有限公司隆顺裕制药厂(原天津中药制药厂提供，批号：0302016，黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所，批号：781-9001，供含量测定用)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备：精密称取黄芪甲苷对照品适量，用甲醇溶解，配制成 0.4 mg/mL 的溶液，作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备：取本品 20 片，去除薄膜包衣，称定质量，研匀，精密称取 4 g，置索氏提取器中，加甲醇适量浸泡过夜，加热回流提取至无色，回收甲醇至干，加 15 mL 水使溶解，用醋酸乙酯提取 2 次(20 mL×2)，弃去醋酸乙酯层，水层再用水饱和正丁醇提取 3 次(20 mL×3)，合并正丁醇液，用氨试液洗涤 3 次(20 mL×3)，弃去氨试液，正丁醇液蒸干，加甲醇使溶解，转溶于 2 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

2.3 阴性供试品溶液的制备：除黄芪外，按本方工艺制备样品，照供试品溶液制备方法进行处理，制得阴性供试品溶液。

2.4 测定方法：照薄层扫描法(《中华人民共和国药典》2000 年版一部附录 V B)实验，分别吸取黄芪甲苷对照品溶液 4、6 μ L，供试品溶液 4 μ L，阴性供试品溶液 10 μ L，分别点于同一硅胶 G 高效薄层板上，