

图 1 高效液相色谱图

对盐酸维拉帕米进样量 (X) 进行回归, 得方程 $Y = 124\,618X - 2\,967.6$, $r = 0.9998$ 。结果表明盐酸维拉帕米进样量在 $1.0 \sim 10.0 \mu\text{g}$ 范围内与峰面积呈良好的线性关系。

精密度试验 精密吸取对照品溶液 $20 \mu\text{L}$, 按上述色谱条件重复进样 6 次, 测定峰面积。结果的 RSD 为 0.81% , 不超过 1.0% , 说明精密度良好。

稳定性试验 取同一供试品溶液, 按上述色谱条件测定 5 次, 每次间隔 1 h。结果样品在 5 h 内稳定性良好, 样品中盐酸维拉帕米含量的 RSD 为 0.07% 。

重现性试验 精密称取同一样品共 6 份, 用流动相溶解并稀释至 0.25 mg/mL , 测定含量。结果的 RSD 为 0.66% , 说明重现性良好。

回收率试验 精密称取盐酸维拉帕米约 $16.20, 24 \text{ mg}$ 各 3 份, 按处方比例分别加入适量的辅料, 用流动相溶解并稀释至含量测定项下的浓度, 用高效液相色谱法测定含量, 分别计算回收率, 结果见表 1。

2.4 样品含量测定

表 1 回收率试验结果 ($n = 9$)

加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{X}(\%)$	$RSD(\%)$
15.24	15.35	100.7		
16.32	16.20	99.26		
16.27	16.20	99.57		
19.96	19.62	98.30		
18.82	19.06	101.3	99.75	0.93
21.26	21.19	99.67		
25.48	25.61	100.5		
25.16	25.02	99.44		
24.83	24.58	98.99		

取 3 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。结果批号为 20030602, 20030603, 20030604 的样品中盐酸维拉帕米含量分别为标示量的 100.4% , 99.25% , 99.65% 。

3 讨论

本品为盐酸维拉帕米注射液改剂型产品, 盐酸维拉帕米原料与注射液标准中含量测定采用 HPLC 法^[1]。为保证产品质量, 本试验建立了 HPLC 法测定注射用盐酸维拉帕米含量的方法, 并进行了方法学考察。结果表明, 本方法简便、准确, 灵敏度高, 重现性好, 可用于注射用盐酸维拉帕米的含量测定与质量控制。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 (二部) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2000: 670-671.

(收稿日期 2006-11-01)

高效液相色谱法测定鱼腥草素钠片的含量

曾令高¹, 李 静²

(1. 重庆市药品检验所, 重庆 401121; 2. 重庆药友制药有限责任公司, 重庆 401121)

摘要: 目的 用高效液相色谱法 (HPLC 法) 测定鱼腥草素钠含量。方法 采用 Diamonsil C_{18} 色谱柱 ($250 \text{ mm} \times 4.6 \text{ mm}$, $5 \mu\text{m}$), 以甲醇-水-10% 四丁基氢氧化铵 ($70:30:0.3$) 为流动相, 检测波长为 283 nm 。结果 鱼腥草素钠质量浓度线性范围为 $7.408 \sim 37.04 \mu\text{g/mL}$ ($r = 0.9998$), 平均回收率为 98.72% , RSD 为 1.6% 。结论 HPLC 法简便、准确, 可用于鱼腥草素钠片的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 鱼腥草素钠片; 含量

中图分类号: R927.2 R978.7

文献标识码: A

文章编号: 1006-4931(2007)09-0019-02

Determination of Sodium Houttuynonate Tablets by HPLC

Zeng Linggao¹, Li Jing²

(1. Chongqing Institute for Drug Control, Chongqing, China 401121; 2. Chongqing Yaoyou Pharmaceutical Co., Ltd., Chongqing, China 401121)

Abstract Objective To establish a HPLC method for determination of sodium houttuynonate tablets. **Methods** Using a Diamonsil C_{18} column ($250 \text{ mm} \times 4.6 \text{ mm}$, $5 \mu\text{m}$). The mobile phase consisted of methanol-water-tetrabutylammonium hydroxide solution (10%) ($70:30:0.3$). The detection was carried out with a diode array detector at 283 nm . **Results** The calibration curves were linear between 7.408 and $37.04 \mu\text{g/mL}$ ($r = 0.9998$). The average recovery rate was 98.72% , $RSD = 1.6\%$. **Conclusion** This method is convenient and accurate.

Key words HPLC; sodium houttuynonate tablets; assay

鱼腥草素钠对卡他球菌、流感杆菌、金黄色葡萄球菌有明显的抑制作用, 并能明显拮抗炎症早期的炎症渗出和组织水肿, 对炎症性疼痛反应也有较强的抑制作用。在 1995 年版《中国药典 (二部)》^[1] 中, 鱼腥草素钠片含量的测定方法为氧化还原滴定法, 该法操作烦琐, 影响因素多, 重现性较差。为此, 笔者用高效液相色谱法 (HPLC 法) 测定鱼腥草素钠的含量。该方法分离度好、灵敏度高、专属性强, 可用于鱼腥草素钠片的质量控制。

1 仪器与试药

HP Agilent 1100 高效液相色谱仪 & 色谱工作站, 岛津 UV 2201

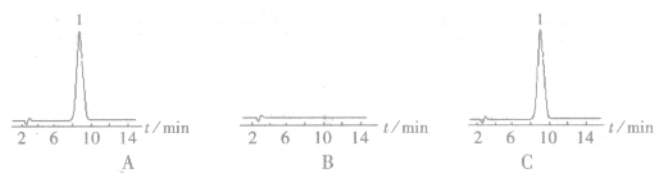
紫外可见分光光度仪。鱼腥草素钠对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号为 0247-9601, 归一化法测定含量为 99.40%); 鱼腥草素钠片 (云南英茂红河制药有限公司, 批号为 050101, 050102, 050103); 甲醇为色谱纯, 其他试剂为分析纯, 水为重蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C_{18} 柱 ($250 \text{ mm} \times 4.6 \text{ mm}$, $5 \mu\text{m}$); 流动相: 甲醇-水-10% 四丁基氢氧化铵 ($70:30:0.3$); 流速: 1.0 mL/min ; 检测波长: 283 nm ; 柱温: 30°C ; 进样量: $20 \mu\text{L}$ 。在此条件下, 色谱图

中鱼腥草素钠与相邻杂质峰达到基线分离(图1)。



1. 鱼腥草素钠
A. 对照品溶液 B. 阴性对照品溶液 C. 供试品溶液

图1 高效液相色谱图

2.2 线性关系考察

精密称取鱼腥草素钠对照品 18.52 mg,置 50 mL 量瓶中,加流动相使溶解完全并稀释至刻度,摇匀,得鱼腥草素钠对照品贮备液。精密量取上述贮备液 1,2,3,4,5 mL,分别置 50 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,取 20 μ L 注入液相色谱仪,在上述色谱条件下,以 283 nm 为检测波长,测定峰面积,以峰面积 A 对鱼腥草素钠质量浓度 C (μ g/mL)回归,得回归方程 $C = 7.2736 + 1.0264 \times 10^{-2}A$ ($r = 0.9998$)。鱼腥草素钠质量浓度在 7.408 ~ 37.04 μ g/mL 范围内与峰面积线性关系良好。

2.3 精密度试验

取本品(批号 050101),照含量测定项下的方法于同一日和不同日(6日内,每日测定1次)分别测定5次,计算日内和日间精密度。结果日内平均含量为 99.85%,RSD 为 0.79%;日间平均含量为 99.63%,RSD 为 0.92%。

2.4 稳定性试验

取一批含量测定用供试品溶液,分别在 0,2,4,8,12 h 进样,结果供试品溶液在 8 h 内稳定,峰面积的 RSD = 0.68%。

2.5 加样回收试验

分别取已知含量的鱼腥草素钠片研细样品 6 份(约相当于鱼腥草素钠 15 mg),置 25 mL 量瓶中,分成 3 组,分别加入 2.2 项下鱼腥草素钠对照品贮备液 5,8,10 mL,按 2.6 项下的方法,自“加流动相溶解并稀释至刻度”起依法操作,测定峰面积。结果见表 1,表明本

品在上述试验条件下具有良好的回收率,满足含量测定的要求。

表1 鱼腥草素钠加样回收试验结果($n = 6$)

样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	RSD(%)
15.135 2	1.840 9	16.952 3	99.86	99.46	0.65
15.135 2	1.840 9	16.763 6	98.75		
15.135 2	2.945 4	18.091 1	100.06		
15.135 2	2.945 4	17.853 6	98.74		
15.135 2	3.681 8	18.662 6	99.18		
15.135 2	3.681 8	18.843 5	100.14		

2.6 样品含量测定

取重量差异项下的样品研细,精密称取适量(约相当于鱼腥草素钠 18 mg),置 50 mL 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,过滤,精密量取续滤液 2 mL,置 50 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。照上述色谱条件,以 283 nm 为检测波长,取 20 μ L 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取鱼腥草素钠对照品适量,同法测定。按外标法以峰面积计算含量,同时与《中国药典》中的氧化还原滴定法^[2]结果比较(表 2)。

表2 样品含量测定结果($n = 3$)

批号	含量(%)	
	HPLC 法	药典法
050101	100.6	99.35
050102	103.1	102.4
050103	104.3	102.8

3 讨论

3.1 鱼腥草素钠对照品溶液的紫外光谱显示,鱼腥草素钠的最大吸收波长是 283 nm,因此选择 283 nm 为检测波长。

3.2 流动相中添加四丁基氢氧化铵,可以改变色谱峰形,防止峰的拖尾,使主峰和杂质峰分离完全。

3.3 用 HPLC 法测定鱼腥草素钠片含量简便、快捷,结果准确可靠,因此该法可作为鱼腥草素钠的含量测定方法。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(二部)[M]. 北京:化学工业出版社,1995:411.

(收稿日期 2006-08-28,修回日期 2006-11-28)

黄精药材中黄精多糖的含量测定

童红¹,申刚²

(1. 贵州省药品检验所,贵州 贵阳 550004; 2. 贵州科辉制药有限公司,贵州 贵阳 550001)

摘要:目的 建立黄精中黄精多糖的含量测定方法。方法 采用分光光度法,测定波长为 582 nm。结果 无水葡萄糖线性范围为 33.27 ~ 199.62 μ g ($r = 0.9997$),平均回收率为 100.38%,RSD = 1.80%。结论 该方法灵敏、准确、重现性好,可用于黄精药材的质量控制。

关键词: 黄精药材,黄精多糖,含量测定

中图分类号:R284.1;R282.71

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2007)09-0020-02

黄精为百合科植物滇黄精 *Polygonatum kingianum* Coll. et Hemsl.、黄精 *Polygonatum sibiricum* Red. 或多花黄精 *Polygonatum cyrtoneura* Hua 的干燥根茎,按形状不同,习称“大黄精”、“鸡头黄精”、“姜形黄精”,具有补气养阴、健脾、润肺、益肾功效,用于脾胃虚弱、体倦乏力、口干食少、肺虚燥咳、精血不足、内热消渴等。此品种系我省承担起草、修订的 2005 年版《中国药典(一部)》中药材标准的品种之一。按照国家药典委员会的要求,参照 2000 年版《中国药典(一部)》和有关文献报道^[1-3],笔者对黄精中主要成分黄精多糖进行了含量测定和方法学研究,报道如下。

1 仪器与试药

UV-1221 紫外分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)。黄精(来源或产地见含量测定项)。0.2% 蒽酮-硫酸溶液(临用新配制);无水葡萄糖对照品(批号为 0780-200004,中国药品生

物制品检定所,供含量测定用);其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液制备

精密称取干燥至恒重的无水葡萄糖对照品适量,加蒸馏水制成每 1 mL 含 0.3327 mg 的葡萄糖溶液,作为对照品溶液。精密称取于 60℃ 干燥恒重的黄精生药样品粉末 0.25 g,置圆底烧瓶中,加 80% 乙醇 150 mL,置沸水浴中回流提取 1 h,趁热过滤,残渣用 80% 热乙醇洗涤 3 次,每次 10 mL,再将残渣连同滤纸置烧瓶中,加蒸馏水 150 mL,置沸水浴中回流提取 1 h,趁热过滤,残渣及烧瓶用热蒸馏水洗涤 4 次,每次 10 mL,合并滤液与洗液,放冷后移至 250 mL 量瓶中,用蒸馏水定容,然后精密吸取此溶液 1.0 mL,置 10 mL 具塞干燥试管中,加水至 2.0 mL,摇匀,在冰水浴中缓慢滴加 0.2% 蒽酮-硫酸溶液至刻度,摇匀,放冷后置沸水浴中反应