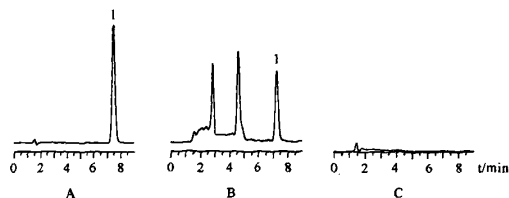


品溶液无吸收,色谱图见图1。



A. 对照品 B. 样品 C. 阴性样品 1. 大黄素

图1 HPLC 色谱图

2.5 线性关系考察

配制一系列不同浓度的大黄素对照品溶液,浓度为1, 2, 4, 8, 10 $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$,精密吸取上述溶液各10 μl 进样,以进样量X为横坐标,峰面积Y为纵坐标,经线性回归,回归方程为 $Y=45872X-282$, $r=0.9997$ ($n=5$),说明大黄素在0.01~0.10 μg 进样量与峰面积有良好的线性关系。

2.6 精密度试验

取大黄泻火滴丸一包,碾碎,取约0.4 g,精密称定,按“2.3”项下方法制备供试液,进样10 μl ,连续6次,记录峰面积, RSD 为1.08%($n=6$),说明精密度较好。

2.7 稳定性试验

取大黄泻火滴丸一包,碾碎,取约0.4 g,精密称定,按“2.3”项下方法制备供试液,在0, 2, 4, 8, 12, 24 h进样10 μl ,记录峰面积, RSD 为1.02%($n=6$),说明供试品溶液在24 h之内稳定。

2.8 重复性试验

取批号为20080314大黄泻火滴丸一包6份,碾碎,取约0.4 g,精密称定,按“2.3”项下制备供试液,分别进样10 μl ,测得大黄素含量为0.327 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$, RSD 为1.21%($n=6$),说明方法重复性较好。

2.9 加样回收率试验

取批号为20080314的大黄泻火滴丸一包,碾碎,取约

0.4 g,精密称定共6份,分别加入0.1 $\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$ 的大黄素对照品溶液1.3 ml,按“2.3”项下方法制备供试液,结果平均回收率为99.1%, RSD 为1.34%。

2.10 含量测定

取3批中试滴丸按“2.3”项下方法制备供试液,分别精密吸取对照品溶液5.10 μl 及供试品溶液10 μl ,注入液相色谱仪,用外标两点法进行计算供试品的含量。

表1 样品含量测定结果

滴丸批号	大黄素含量($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)
20080314	0.327
20080421	0.346
20080518	0.321

3 讨论

3.1 大黄中的大黄素是以大黄素及其结合型方式存在的,因此对样品的前处理是关键。本次试验主要是测定总大黄素的含量,结合型方式的大黄素需经水解后才能测定,为了使得水解完全,必须使酸的浓度足够高,水解时间足够长,但酸浓度太高,水解时间太长,易使蒽醌苷元受破坏,本文采用2.5 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 硫酸水解,对于水解时间,比较了1, 2, 3 h,结果证明2 h可使蒽醌苷元水解完全^[3]。

3.2 曾采用甲醇-水(22:78)、乙腈-水(41:59)、甲醇-水-磷酸(80:20:0.1)为流动相,结果发现用甲醇-水-磷酸(80:20:0.1)既能得到较好的分离效果,且流动相配制简单。

参考文献

- 1 卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂. 第19册. WS3-B-3533-98
- 2 王宗仁. 黄连降糖胶囊大黄素及大黄酚的含量测定[J]. 天津药学, 2008, 20(3): 23-25
- 3 段艳冰, 韩豫皖, 金 莹, 等. 美宝胶囊中大黄素的含量测定[J]. 时珍国药杂志, 2006, 17(1): 37-38

(2009-08-21 收稿 2009-09-21 修回)

HPLC 测定狼疮丸中绿原酸的含量

谷红光 (辽源市中医院 吉林辽源 136200) 赵跃刚 (长春中医药大学) 赵志军 (辽源市中医院) 邵延芹 (东丰药业股份有限公司)

摘要 目的: 采用 HPLC 法测定狼疮丸中绿原酸的含量。方法: 采用 Diamonsil C_{18} 柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm); 以乙腈-0.4% 磷酸溶液(13:87)为流动相; 流速为0.8 $\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$; 检测波长为327 nm。结果: 绿原酸在0.28~1.40 μg ($r=0.9998$)范围内, 与峰面积呈良好的线性关系。平均加样回收率为99.32%, RSD 为0.38%($n=6$)。结论: 方法简便, 重复性好, 可作为该制剂的质量控制依据。

关键词 狼疮丸; 绿原酸; 高效液相色谱法

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1008-049X(2010)02-0299-02

狼疮丸收载于《卫生部药品标准》十三册^[1], 由金银花、连翘、蒲公英和黄连等十六味中药组成, 原标准中没有

定量控制, 金银花为方中主药, 绿原酸为其主要活性成分, 采用高效液相色谱法测定绿原酸含量的方法, 作为其质量

控制方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪(日本),DL-95 色谱工作站。

1.2 试剂

绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号:110753-200212);狼疮丸(吉林省东丰药业股份有限公司,规格:5.4g/袋×10袋/盒,批号:20081209、20090302、20090403);乙腈为色谱纯;磷酸为分析纯;水为超纯水;其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[2,4]

色谱柱:Diomonsil C₁₈柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:乙腈-0.4%磷酸溶液(13:87);流速:0.8 ml·min⁻¹,进样量,10 μl;柱温:35℃;检测波长:327 nm。

2.2 对照品溶液的制备^[2]

精密称取绿原酸对照品适量,置棕色量瓶中,加50%甲醇制成每1 ml含0.07 mg的溶液,摇匀,即得(10℃以下保存)。

2.3 供试品溶液的制备^[3,5]

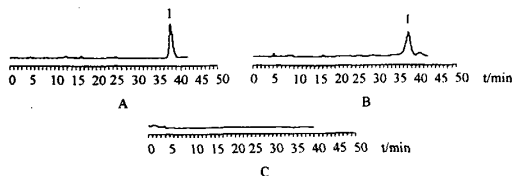
取本品,研碎,取约2.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入80%乙醇50 ml,称定重量,超声处理30 min,放冷,再称定重量,用80%乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液25 ml,蒸至近干,加水30 ml使溶解,加氯化钠0.5 g,用氨水调节pH至9~10,置分液漏斗中,用醋酸乙酯提取3次,每次20 ml,弃去醋酸乙酯液,水液用盐酸调节pH至2~3,用醋酸乙酯提取5次,每次20 ml,合并醋酸乙酯液,蒸干,残渣用甲醇溶解并转移至10 ml棕色量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

2.4 阴性样品溶液的制备

取不含金银花的阴性样品,照供试品溶液的制备方法,制成阴性样品溶液。

2.5 干扰试验

分别吸取对照品溶液,供试品溶液及阴性样品溶液各10 μl注入液相色谱仪测定,记录色谱图,阴性样品在与绿原酸对照品相应的保留时间处无色谱峰,表明阴性样品对测定无干扰,见图1。



A. 对照品 B. 供试品 C. 阴性样品 1. 绿原酸

图1 HPLC 色谱图

2.6 线性关系的考察

精密称取绿原酸对照品适量,加甲醇制成每1 ml含0.070 2 mg的溶液。分别精密吸取4,8,12,16,20 μl注入液相色谱仪,记录峰面积。以峰面积Y对进样量X进行线性回归,回归方程为 $Y = 5.60 \times 10^5 X + 1.67 \times 10^3$ ($r = 0.9998$)。绿原酸进样量在0.28~1.40 μg范围内呈良好线性关系。

2.7 精密度试验

取线性关系考察项下的对照品溶液,精密吸取10 μl,连续进样6次,测定峰面积,RSD为0.61($n=6$),说明仪器精密度良好。

2.8 稳定性试验

精密量取同一供试品溶液,分别于0,2,4,6,8,10 h进样10 μl,记录峰面积,RSD为0.75($n=6$),说明供试品溶液在10 h内稳定。

2.9 重复性试验

取同一批号供试品6份,按“2.3”项下方法制备供试液,进样10 μl测定,含量为0.652 mg·g⁻¹,RSD为0.69%($n=6$),表明方法重复性良好。

2.10 回收率试验

精密称取已测定含量的同一供试品批号20090302(含量:0.659 1 mg·g⁻¹)6份,分别精密加入绿原酸对照品溶液(0.141 mg·ml⁻¹)5 ml,测定含量,计算加样回收率,平均加样回收率为99.3%(RSD=0.38%, $n=6$)。

2.11 样品含量测定

取20081209、20090302、20090403 3批样品,按“2.3”项下方法制备供试液,进样10 μl测定,用外标法(峰面积)计算含量,分别为0.67,0.66,0.68 mg·g⁻¹。

3 讨论

3.1 试验中对样品进行脱脂与不脱脂进行了比较,结果未脱脂样品杂质峰较多,需要的分离时间较长,故对样品进行脱脂处理。

3.2 试验中对脱脂的溶剂也作了选择:①乙醚;②三氯甲烷;③醋酸乙酯。结果溶剂③脱脂彻底,故选择醋酸乙酯作为脱脂溶剂。

参考文献

- 1 卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂. 第十三册. 1997. 171
- 2 中国药典[S]. 2005年版. 一部. 152-153
- 3 杨海燕,陈福明,阎武. 醇沉对纯化金银花中绿原酸工艺的影响[J]. 中成药,2006,28(9):1256-1258
- 4 余卫兵,毕雪艳,张钢平,等. HPLC法测定狼疮丸中绿原酸的含量[J]. 中国药师,2007,10(12):1270-1271
- 5 杨云,冯卫生. 中药化学成分提取分离手册[M]. 北京中国医药科技出版社,1998. 219-220

(2009-09-11 收稿)

HPLC测定狼疮丸中绿原酸的含量

作者: 谷红光, 赵跃刚, 赵志军, 邵延芹
作者单位: 谷红光(辽源市中医院, 吉林辽源, 136200), 赵跃刚(长春中医药大学), 赵志军(辽源市中医院), 邵延芹(东丰药业股份有限公司)
刊名: 中国药师 
英文刊名: CHINA PHARMACIST
年, 卷(期): 2010, 13 (2)

参考文献(5条)

1. 杨云;冯卫生 中药化学成分提取分离手册 1998
2. 余卫兵;毕雪艳;张钢平 HPLC法测定赚疮丸中绿原酸的含量[期刊论文]-中国药师 2007 (12)
3. 杨海燕;陈福明;阎武 醇沉对纯化金银花中绿原酸工艺的影响[期刊论文]-中成药 2006 (09)
4. 中国药典. 2005年版. 一部
5. 中药成方制剂 1997

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgys201002070.aspx