碱对照品溶液 1.07 mg，按上述供试品溶液的制备方法制备及色谱条件测定，计算回收率，结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

试验号	样品取样量 /g	测得总量 /mg	加入对照品量 /mg	样品中含量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.518 9	2.191 3	1.08	1.110 5	100.1		
2	0.502 3	2.140 5	1.07	1.075 0	99.6		
3	0.503 9	2.155 6	1.07	1.078 4	100.7	99.7	0.7
4	0.501 1	2.137 9	1.07	1.072 4	99.6		
5	0.501 8	2.127 6	1.07	1.073 9	98.5		
6	0.517 4	2.182 5	1.08	1.107 3	99.6		

2.9 样品测定

取 3 批样品，按上述方法制备供试品溶液和对照品溶液，按上述色谱条件操作，3 批样品测定结果见表 2。

表 3 样品含量测定结果

批号	平均含量/mg/片
050901	0.205 3
051002	0.224 5
051102	0.237 1

3 讨论

分别采用甲醇、乙醇溶剂，采用热回流和超声提取提取方法，以不同溶剂用量（20，50，100 mL）和不同提取时间（20，30，45，60 min）对本品中盐酸麻黄碱的提取研究。结果表明：取本品 1 g，用甲醇 50 mL，加热回流提取 45 min，提取盐酸麻黄碱含量最高。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中国药典. 一部[S]. 北京：化学工业出版社，2005：265.

[2] 何南生，曾宪仪，徐雪红，等. HPLC 法测定小儿咳喘灵口服液中盐酸麻黄碱的含量[J]. 江西中医学院学报，2006，18(3)：45-46.

[3] 王玉安，徐国庆，王卫峰，等. HPLC 测定咳喘宁颗粒中盐酸麻黄碱的含量[J]. 陕西中医，2005，27(10)：1288-1289.

HPLC 法测定紫地宁血散中没食子酸的含量

张人福，许江红，张若良，赖佐发（赣州市食品药品检验所，赣州 341000）

摘要 **目的**：采用 HPLC 法测定紫地宁血散中没食子酸的含量。**方法**：色谱柱为 Diamonsil C_{18}（4.6 mm×200 mm，5 μm），流动相为乙腈-含 0.1% 三乙胺的 0.1% 磷酸溶液（1∶99），流速：1.0 mL·min^{-1}，检测波长为 273 nm。**结果**：线性范围为 0.051～0.612 μg，r=1.000 0。平均回收率为 99.3%，RSD 为 1.2%。**结论**：本法简便、快速、准确，可用于产品的质量控制。

关键词：紫地宁血散；HPLC 法；没食子酸

中图分类号：921.2　　**文献标识码**：A　　**文章编号**：1009－3656(2009)－6－

Determination of Gallic Acid in Zidiningxue San by HPLC

Zhang Ren-fu, Xu Jiang-hong, Zhang Ruo-liang, Lai Zuo-fa (*Ganzhou Institute for Food and Drug Control, Ganzhou* 341000)

Abstract **Objective**: An HPLC method was established for the determination of Gallic Acid in Zidiningxue San. **Methods**: A Diamonsil C_{18} (4.6 mm×200 mm, 5μm) column was used with Acetonitrile and 0.1% phosphoric acid containing 0.1% triethylamine (1∶99) as the mobile phase, with flow rate 1.0 mL·min^{-1} and the detection wavelength 273 nm. **Results**: The linear range was 0.051μg～0.612μg, r = 1.000 0. The average recovery was 99.3% and the RSD was 1.2%. **Conclusion**: The method was convenient, sensitive and accurate. So it could be used for quality control.

作者简介：张人福，男，副主任中药师。学科及研究方向：药物分析。联系电话：0797－8370887。

万方数据

Key words: Zidiningxue San; HPLC; Gallic Acid

紫地宁血散由大叶紫珠、地茏等药味组成的复方制剂，具有清热凉血的功效，用于治疗胃及十二指肠溃疡或胃炎引起的吐血，便血，属胃中积热型者。该制剂收载于《卫生部药品标准》新药转正第九册中，标准中无含量测定方法，不利于质量控制，本文采用 HPLC 法对制剂中地茏的有效成分没食子酸[1-2]进行含量测定，所建立的方法准确可靠、专属性强、简便快捷，可用于该制剂的质量控制。

1　仪器与试药

Waters 高效液相色谱仪(515 泵，2487 紫外检测器，Millennium32 色谱工作站)，BP211D 型电子天平；没食子酸对照品(中国药品生物制品检定所，批号 00831 - 9501)；紫地宁血散(同一厂家，市售品，批号 060801，060802，060803)；乙腈为色谱纯，水为重蒸馏水，其他试剂均为分析纯。

2　方法与结果

2.1　色谱条件

色谱柱：DiamonsilC_{18} (4.6 mm × 200 mm, 5 μm)，流动相：乙腈 - 含 0.1% 三乙胺的 0.1% 磷酸溶液(1∶99)，流速：1.0 mL · min^{-1}，；检测波长：273 nm，柱温：室温，进样量：10 μL。理论板数：按没食子酸峰计算应不低于 4 000，没食子酸峰与相邻杂峰的分离度应大于 2.0。

2.2　溶液制备

2.2.1　对照品溶液制备　精密称取没食子酸对照品 10.20 mg，置 100 mL 量瓶中，加 50% 甲醇溶解并稀释至刻度，作为对照品储备液。精密量取储备液 10 mL 置 50 mL 量瓶中，加 50% 甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

2.2.2　供试品溶液制备　取装量差异项下供试品，混匀，精密称取约 1.5 g，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 50 mL，称定重量，置水浴上回流 30 min，取出，放冷，再称定重量，用 50% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.2.3　阴性溶液制备　取不含地茏的阴性制剂按供试品溶液的制备方法制成阴性溶液。

2.3　干扰试验

取供试品溶液，对照品溶液和阴性溶液各 10 μL，在上述色谱条件下进样，分析，供试品溶液主峰的保留时间与对照品主峰的保留时间一致，且阴性无干扰，见图 1。

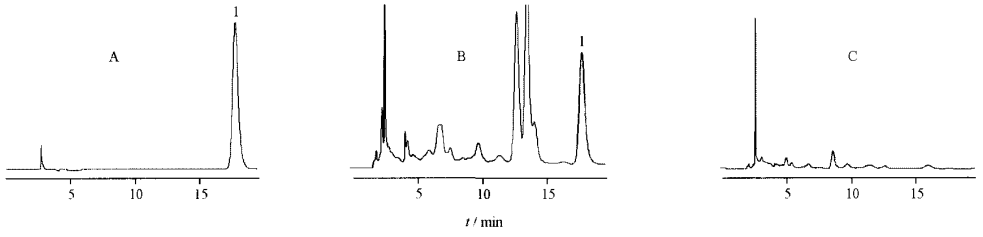

图 1　紫地宁血散的 HPLC 色谱图

A. 对照品；B. 样品；C. 阴性样品；1. 没食子酸

2.4　线性关系考察

精密量取对照品储备液 0.5，1，2，4，6 mL 分别置 10 mL 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，各进样 10 μL，测定。以进样中没食子酸量为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线，计算回归方程为：$Y = 3.797\,2 \times 10^6 X - 1.813\,4 \times 10^4$，$r = 1.000\,0$，结果表明：没食子酸在 0.051 ~ 0.612 μg 内呈良好的线性关系。

2.5　精密度试验

取对照品溶液重复进样 5 次，测得峰面积的 RSD 为 0.34%。

2.6　稳定性试验

取同一供试品溶液(批号：060801)于配制后 0，2，4，6，8 h 分别进样 10 μL，测得峰面积的 RSD 为 1.1%，表明供试品溶液在 8 h 内稳定。

2.7　重复性试验

取本品(批号 060801)，照供试品溶液制备方法制成供试品溶液($n = 6$)，分别测定含量，平均含量为 0.759 mg · g^{-1}，RSD 为 0.34%。

2.8　回收率试验

取已知含量的供试品约 0.75 g，精密称定，分别精密加入对照品溶液(0.010 4 g · L^{-1})50 mL，按供试品溶液制备方法处理，测定含量，计算回收率，结果见表 1。

万方数据

表 1　回收率测定结果($n=6$)

取样量 /g	样品中含量 /mg	加入对照品量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
0.751 5	0.570	0.520	1.086	99.2		
0.757 0	0.575	0.520	1.096	100.2		
0.753 2	0.57 2	0.520	1.093	100.2	99.3	1.2
0.756 8	0.57 4	0.520	1.092	99.6		
0.751 1	0.57 0	0.520	1.074	96.9		
0.752 4	0.57 1	0.520	1.089	99.6		

2.9　样品测定

取 3 批样品，依法制备供试品溶液，分别取对照品溶液，供试品溶液 10 μL 进样，测定峰面积，按外标法计算含量，结果见表 2。

表 2　样品测定结果

批号	含量/mg · g^{-1}
060801	0.759
060802	0.800
060803	0.696

3　讨论

3.1　试用乙腈 -0.05 mol · L^{-1}磷酸(1∶99)[3]为流动相，结果分离效果不好，且柱效不高，本文流动相中加入三乙胺，具有更好的分离度与柱效。

3.2　提取条件　在前期试验过程中，试用甲醇[4]为提取溶剂，结果主峰存在干扰峰，且基线不易走平，改用 50% 甲醇提取，色谱图得到明显改善，试验同一批样品经 30，60，90 min 回流后分别测定含量，结果显示回流 30 min 即可提取完全。

3.3　据文献，地蒽中没食子酸多以苷的形式存在，需加酸水解方能游离出没食子酸，试验比较：50% 甲醇[5]、50% 甲醇(含 4% 盐酸)[6]为溶剂相同条件提取样品并测定含量，结果两法所得样品中没食子酸的含量相同，但加酸水解提取所得色谱图基线漂移，所以，本文不采用加酸水解提取。

3.4　经试验，用本文方法色谱条件，在下列色谱柱试验：Phenomenex $C_{18(2)}$(4.6 mm × 250 mm，5 μm)，Kromasil 100A C_{18}(4.6 mm × 200 mm，5 μm)，结果得到良好的色谱图及重现性，且所得含量一致。

参考文献

[1]　张超，方岩雄．中药地蒽的化学成分研究[J]．中国中药杂志，2003. 28.(05)：429-431.

[2]　廖宝珍，阙惠卿等，林绥．地稔的研究进展[J]．海峡药学，2007，19(12)：3-7.

[3]　何迅，李勇军，刘丽娜．RP - HPLC 测定地稔药材中没食子酸的含量[J]．中国中药杂志，2005，30(3)：180-181.

[4]　韩林涛，黄芳．高效液相色谱法测定克淋通分散片中没食子酸含量的方法学研究[J]．湖北中医学院学报，2008. 10(2)：46-48.

[5]　李小安，史美佳．HPLC 法测定速效止泻胶囊中没食子酸的含量[J]．陕西中医学院学报，2007，30(2)：58-59.

[6]　李才堂，宋友昕，李晶．高效液相色谱法测定地稔药材中没食子酸含量[J]．江西中医学院学报，2005，17(4)：37.

HPLC 法测定香附丸(水丸)中芍药苷的含量

王二云，杨烯伟，郝美玲(内蒙古食品药品检验所，呼和浩特 010020)

摘要　**目的**：建立 HPLC 法对香附丸(水丸)中芍药苷的含量测定方法。**方法**：采用 HPLC 法。色谱柱：Alltech Apollo C_{18} 色谱柱(4.6 mm × 250 mm，5 μm)，流动相：A 为乙腈，B 为 0.1% 磷酸溶液，梯度洗脱程序为 0 min(14% A)，21 min(86% A)，41 min(14% A)；检测波长：230 nm；流速为 1.0 mL · min^{-1}；柱温为 30 ℃。**结果**：芍药苷在 0.123 6 ~ 1.854 μg 内呈良好的线性关系，回归方程为 $Y = 1.06 \times 10^6 X - 2.33 \times 10^3$，$r = 1.000\ 0$；平均回收率为 99.07%(RSD = 0.35%)。**结论**：本法准确度高，重复性好，可作为本制剂的质量控制方法。

关键词：香附丸(水丸)；芍药苷；HPLC 法；含量测定

中图分类号：921.2　　**文献标识码**：A　　**文章编号**：1009 - 3656(2009) - 6 - 448 - 3

作者简介：王二云，女，主管中药师。学科及研究方向：中成药检验。联系电话：13948711332。

万方数据

HPLC法测定紫地宁血散中没食子酸的含量

万方数据 WANFANG DATA 文献链接

作者： 张人福， 许江红， 张若良， 赖佐发， Zhang Ren-fu， Xu Jiang-hong， Zhang Ruo-liang， Lai Zuo-fa

作者单位： 赣州市食品药品检验所,赣州,341000

刊名： 中国药品标准

英文刊名： DRUG STANDARDS OF CHINA

年，卷(期)： 2009,10(6)

参考文献(6条)

1. 李才堂;宋友昕;李晶 高效液相色谱法测定地稔药材中没食子酸含量[期刊论文]-江西中医学院学报 2005(04)

2. 李小安;史美佳 HPLC法测定速效止泻胶囊中没食子酸的含量[期刊论文]-陕西中医学院学报 2007(02)

3. 韩林涛;黄芳 高效液相色谱法测定克淋通分散片中没食子酸含量的办法学研究[期刊论文]-湖北中医学院学报 2008(02)

4. 何迅;李勇军;刘丽娜 RP-HPLC测定地稔药材中没食子酸的含量[期刊论文]-中国中药杂志 2005(03)

5. 廖宝珍;阙惠卿;林绥 地稔的研究进展[期刊论文]-海峡药学 2007(12)

6. 张超;方岩雄 中药地茎的化学成分研究[期刊论文]-中国中药杂志 2003(05)

本文链接：http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgypbz200906018.aspx