

试验所用的样品采自阿拉善盟和伊克昭盟,经内蒙古自治区药品检验所蒙药室康双龙主任药师鉴定为蒙医常用药材,特此致谢。

参考文献

[1] 《中华人民共和国卫生部药品标准》蒙药分册 P257

[2] 国家药典委员会编.《中国药典》2000 年版一部.化学工业出版社 P246

[3] 江西新医学院编.《中药大词典》下册 P2489

HPLC 测定乳癖消颗粒中人参皂苷 Rg₁ 的含量

姜文红 张清波(黑龙江省药品检验所 哈尔滨 150001)

摘要 目的:建立乳癖消颗粒中人参皂苷 Rg₁ 的高效液相含量测定的方法。方法:采用 Diamonsil C₁₈(250×4.6mm, 5μm)色谱柱,流动相为乙腈与水的线性梯度洗脱,检测波长 203nm。结果:人参皂苷 Rg₁ 在 0.5 ~5.1μg 范围内有良好的线性关系(r=0.9998),平均回收率为 96.9%。结论:本法操作简便、快速、准确,可用于乳癖消颗粒中人参皂苷 Rg₁ 的含量测定。

关键词 乳癖消颗粒;三七;人参皂苷 Rg₁;高效液相

Determination of Ginsenoside Rg₁ in Rupixiao Granules by HPLC

Jiang Wen-hong, Zang Qing-bo(*Heilongjiang Provincial Institute for Drug Control, Harbin 150001*)

Abstract Objective: To establish an HPLC method for the determination of Ginsenoside Rg₁ in Rupixiao Granules. **Methods:** Diamonsil C₁₈(250×4.6mm, 5μm) was used. The mobile phase consisted of acetonitrile-water using a linear gradient and the detection wavelength at 203nm. **Results:** The linear range of Ginsenoside Rg₁ was 0.5 ~ 5.1μg (r= 0.9998). The average recovery was 96.9%. **Conclusion:** This method is simple, rapid and accurate, and can be used for the determination of Ginsenoside Rg₁ in Rupixiao Granules.

Key words Rupixiao Granules; Sanqi; Ginsenoside Rg₁; HPLC

乳癖消颗粒为中药复方制剂,具有软坚散结,活血消痛,清热解毒的功效。目前乳癖消颗粒质量标准中的含量测定是应用薄层扫描法测定处方中三七的主要成分人参皂苷 Rg₁ 的含量,经几年的实践,该方法存在着重复性、准确性较差等缺点,无法真实的反映药品中人参皂苷 Rg₁ 的实际含量,为此本文采用 HPLC 法测定三七中人参皂苷 Rg₁ 的含量。此方法经方法学验证,重复性好,准确度较高,可用于乳癖消颗粒中三七的含量测定。

一、仪器与试药

岛津 2010 高效液相色谱仪, Agilent 1100 高效液相色谱仪。Diamonsil C₁₈(250×4.6mm, 5μm)色谱柱。乙腈为色谱纯,水为蒸馏水,其它试剂均为分析纯。对照品:人参皂苷 Rg₁ 为中国药品生物制品检定所提供(批号:0703-200120)。

二、方法与结果

1. 色谱条件 色谱柱: C₁₈(250×4.6mm, 5μm, Diamonsil); 流动相为 A: 乙腈, B: 水, 按下附表进行梯度洗脱; 流速每分钟为 1.0ml; 检测波长为 203nm。

理论板数按人参皂苷 Rg₁ 峰计算应不低于 5000。

附表

t(min)	A (%)	B (%)
0	19	81
10	19	81
30	36	64
35	100	0

在上述色谱条件下人参皂苷 Rg₁ 与其它组分可达到基线分离, 阴性样品没有干扰。(见图 1)。

2. 对照品溶液的制备 取人参皂苷 Rg₁ 对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液,即得。

3. 供试品溶液的制备及测定 取本品装量差异项下的内容物,研细,取 10g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 250W,频率 33kHz) 30 分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,用微孔滤膜(0.45μm)滤过。分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪测定,按外标法计算,

即得。

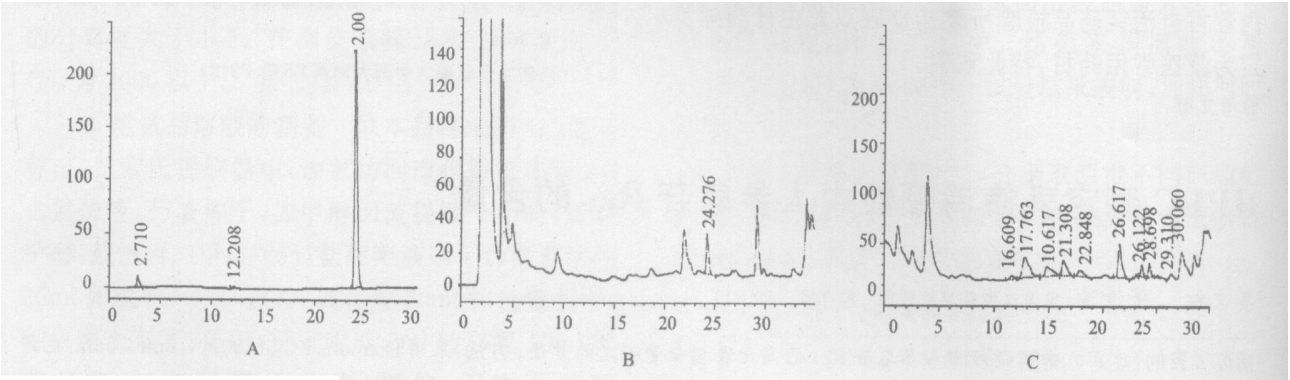


图1 对照品、样品、阴性液 HPLC 色谱图
A 对照品 B 样品 C 阴性液 1. 人参皂苷 Rg₁

4. 线性关系的考察 精密吸取浓度为 1. 018mg/ml 的对照品溶液 0. 5ml、1. 0ml、2. 0ml、3. 0ml、4. 0ml、5. 0ml, 分别置 10ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 进样 10μl 分析, 以峰面积值(A)对进样量 (C) 进行回归得标准曲线方程。A = 378798. 073C+ 16. 6575, r= 0. 9998。结果, 人参皂苷 Rg₁ 峰面积值与进样量有良好的线性关系, 线性范围为 0. 5 ~ 5. 1μg。

5. 精密度试验 精密吸取对照品溶液 (0. 02mg/ml) 10μl, 按上述色谱条件重复进样 5 次, 结果人参皂苷 Rg₁ 峰面积值的 RSD 为 1. 7%。

6. 稳定性试验 取批号为 20040306 号样品供试液分别于 0 小时、2 小时、4 小时、8 小时、16 小时进样 10μl, 测得样品中人参皂苷 Rg₁ 峰面积值的 RSD 为 1. 3%。试验结果表明, 样品供试液在 16 小时内稳定性良好。

7. 重现性试验 按含量测定方法, 取同一批号样品(批号为 20040801) 分别制备 5 份样品供试液, 测得峰面积值并计算含量, 结果 RSD 为 1. 2%。

8. 回收率试验 取 9 份已知含量的样品(批号为 20040801) 各 5g, 精密称定, 分别加入浓度为 0. 512mg/ml 的对照品溶液 1. 8ml (80%) 、2. 2ml (100%) 、2. 6ml (120%) , 按样品制备方法和色谱条件, 制备加样回收供试品溶液, 并注入高效液相色谱仪, 测定峰面积, 结果平均回收率为 96. 94%, RSD 为 2. 8%(n= 9)。

9. 样品测定 分别精密吸取对照品溶液 (0. 2mg/ml) 与乳癖消颗粒供试品溶液各 10μl, 按上述色谱条件测定, 结果见表 1。

三、讨论

1. 供试品溶液制备时, 曾选取甲醇、50% 甲醇

及乙醇三种溶剂进行考察, 提取方法也选择了常温浸泡、超声处理及回流提取三种不同的方式, 结果甲醇、50% 甲醇两种溶剂所提取的人参皂苷 Rg₁ 含量相差不多, 乙醇提取的含量最少, 用甲醇所提取的供试品溶液, 杂质峰少, 分离效果最好, 故采用甲醇为样品的提取溶剂; 回流提取的人参皂苷 Rg₁ 含量最高, 常温浸泡含量最低, 为实验操作方便, 综合考虑, 确定提取方法为超声处理, 超声处理 30 分钟以上, 含量基本不再增加, 即甲醇超声提取 30 分钟, 可将人参皂苷 Rg₁ 提取完全。

表1 5 批样品含量测定结果(n= 2)

样品编号	生产批号	人参皂苷 Rg ₁ 含量(mg/ 袋)	RSD(%)
1	20040801	1. 90	1. 2
2	20040802	1. 88	3. 0
3	20040803	2. 12	0. 4
4	20040804	2. 09	0. 3
5	20040805	2. 11	1. 5

2. 通过紫外扫描及DAD 检测, 人参皂苷 Rg₁ 在 203nm 处有最大吸收, 故选择 203nm 为检测波长。

3. 色谱条件的选择中, 在等度洗脱无法有效分离后, 试用了乙腈-水系列和乙腈-水-磷酸系列梯度洗脱, 结果, 两种系统得到的色谱图分离效果与峰形差别较小, 选择乙腈-水系统, 以减少配比误差及对色谱柱的损害。试用了三个流速: 0. 8ml/min、1. 0ml/min、1. 2ml/min, 结果 1. 0ml/min 流速分离效果最好。本分离系统在室温下可达到满意效果, 曾尝试 30 、35 柱温下检测, 分离效果不佳。

参考文献

[1] 王旭, 周高荣. HPLC 法测定西洋参中人参皂苷 Rb₁ 的含量[J]. 中国中药杂志, 1999, 24(4): 227.
[2] 王梅, 范亚刚等. RP-HPLC 梯度洗脱法同时测定三七总皂苷及血塞通注射液中三种皂苷含量[J]. 药物分析杂志, 2000, 20(6):

410.
- [3] 何夏秋. 三七及前列腺康胶囊检验方法的研究. 中成药, 2001, 23 (2): 97-100
- [4] 邱峰, 孙毅坤. 高效液相色谱法测定复方丹参片中三七皂甙 R1 的含量[J] . 中国中药杂志 1996, 21(11) : 672-673.

HPLC 法测定格列本脲片的含量

刘淑华 赵志刚(辽宁省朝阳市药品检验所, 朝阳市 122000)

摘要 目的: 建立高效液相色谱法测定格列本脲片的含量。采用 Kromasil C₁₈ 色谱柱, 流动相为 甲醇-乙腈-磷酸二氢铵溶液 (pH3.50) (55 : 15 : 30), 流速为 1.0ml · min⁻¹, 检测波长为 301.0nm, 进样体积为 10μl。线性范围为 10 ~300μg · ml⁻¹ (r= 0.9999, n= 6), 高、中、低3 种浓度的平均加样回收率为 100.3%, RSD % 为 0.71% (n= 9)。本方法简便、准确、专属性强、灵敏度高, 内标物易得。

关键词 格列本脲片; HPLC 法; 含量测定

Determination of Glibenclamide Tablets by HPLC

Liu Shu-hua and Zhao Zhi-gang(*Chaoyang Institute for Drug Control of Liaoning Province, Chaoyang 122000*)

Abstract: To develop an HPLC method for the determination of Glibenclamide in tablets. The determination was performed on a Kromasil C₁₈ column with the mobile phase consisting of CH₃OH-CH₃CN-NH₄H₂PO₄ (pH3.50) (55 : 15 : 30). The flow rate was 1.0ml · min⁻¹. The detection was made at 301.0nm. The injection volume was 10μl. The method offered good linearity in the range of 10 ~ 300μg · ml⁻¹ (r= 0.9999, n= 6). The average recovery was 100.3% for three different levels of the added amount of Glibenclamide with RSD= 0.71% (n= 9). This method was convenient, accurate, specific and sensitive. The internal standard was easy to obtain.

Key words Glibenclamide tablets; HPLC; content determination

格列本脲又名优降糖, 是磺酰脲类降血糖药。收载于《中国药典》2000 年版二部, 其含量测定为 HPLC 法, 测定波长 274.0nm, 以羟基苯甲酸丁酯为内标物, 本文采用 301.0nm 为测定波长, 其吸收强度是 274.0nm 处的 2.3 倍, 用格列吡嗪为内标物, 用 HPLC 法进行含量测定。本方法具有灵敏度高, 重现性好, 专属性强的特点, 是对现行《中国药典》格列本脲片含量测定方法的改进。

一、仪器与试剂

高效液相色谱仪 (SP8810 LC Pump; Spectra 100 UV-V is Detector); N2010 色谱工作站; 对照品: 格列本脲、格列吡嗪、4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺、4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺氨基-甲酸乙酯均由中检所提供; 格列本脲片为市售药品; 甲醇、乙腈均为色谱纯、磷酸二氢铵为分析纯。

二、方法与结果

1. 色谱条件

色谱柱: Kromasil C18 (4.5mm × 150mm,

5μm); 进样量: 10μl; 流动相: 甲醇-乙腈-磷酸二氢铵溶液(用磷酸调节 pH 为 3.50) (55 : 15 : 30); 流速 1.0ml · min⁻¹; 检测波长 301.0nm。格列本脲与格列吡嗪的理论板数分别为 8120 和 8790; 格列吡嗪与有关物质分离度为 2.3, 与格列本脲分离度为 12.2。

2. 溶液制备

内标溶液 取格列吡嗪对照品约 25mg, 置 50ml 量瓶中, 加甲醇 15ml, 超声处理 10 分钟使溶解, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得。

对照品溶液 取格列本脲对照品约 16mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加甲醇 10ml, 超声处理 10 分钟使溶解, 加流动相稀释至刻度, 摇匀。精密量取该溶液 15ml 与内标溶液 5ml, 置 25ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得。

供试品溶液 取格列本脲 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取细粉适量(约相当于格列本脲 8mg), 置 50ml 量瓶中, 加甲醇 8ml, 超声处理 10 分钟使溶解, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液 15ml 与内标溶液 5ml, 置 25ml 量瓶中, 用流动相稀