

表 1 回收率试验

Tab 1 Test of recovery rate

原有氧化锌/ μg	加入氧化锌/ μg	回收量/ μg	回收率/ %	平均 回收率/%	RSD/ %
1.37	1.10	1.09	99.10		
1.37	1.10	1.10	100.00		
1.37	1.10	1.09	99.10		
1.37	1.40	1.40	100.00		
1.37	1.40	1.40	100.00	99.94	0.51
1.37	1.40	1.41	100.70		
1.37	1.70	1.71	100.60		
1.37	1.70	1.70	100.00		
1.37	1.70	1.69	99.41		

3 样品测定

3.1 原子吸收分光光度法测定

取批号为 20081002, 20090302, 20090808 的炉甘石洗剂摇匀后, 精密移取 5.00 mL, 置于 1 000 mL 量瓶中, 用水洗涤吸管内壁 3 次, 洗液并入量瓶中, 加稀硫酸至恰溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀; 精密移取 10.00 mL, 置 1 000 mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。再移取该溶液 2.00 mL, 置 6 只 50 mL 量瓶中, 加水并稀释至刻度, 摇匀, 于 213.9 nm 处测定吸收度, 计算含量, 结果见表 2。

表 2 原子吸收分光光度法测定样品含量(n=6)

Tab 2 Determine the content of sample by AAS(n=6)

批号	含量/%	RSD/%
20081002	13.71	0.44
20090302	13.75	0.48
20090808	13.70	0.34

3.2 络合滴定法

取批号为 20081002, 20090302, 20090808 的

炉甘石洗剂, 按部颁药品标准二部第五册, 炉甘石洗剂含量测定方法进行测定, 结果见表 3。

表 3 络合滴定法测定样品含量(n=3)

Tab 3 Determine the content of sample by complexometric titration(n=3)

批号	含量/%	RSD/%
20081002	13.45	2.80
20090302	13.85	2.20
20090808	13.60	2.50

4 讨论

炉甘石洗剂含量测量前应摇匀, 移取炉甘石洗剂的吸管内壁也应用水洗涤, 否则所测含量偏低。

由表 2 及表 3 可见, 络合滴定法干扰因素较多, 以指示剂颜色转变来判定滴定终点, 操作误差大, 精密度低。

采用原子吸收分光光度法测定炉甘石洗剂中氧化锌的含量, 方法简单、快捷、准确, 可同时完成多批量样品的测定, 提高了工作效率。

REFERENCES

- [1] Drug Standards of Ministry of Public Health VOL II (the Fifth)(卫生部药品标准二部 第五册) [S]. 1990: 43.
- [2] SUN Y Q. Analytical Chemistry(分析化学) [M]. 4th ed. Beijing: People's Health Publisher, 2002: 102.
- [3] NI K Y. Instrument Analysis(仪器分析) [M]. Nanjing: Southeast China University Press, 2003: 126.
- [4] Ch.P (2005) Vol II(中国药典 2005 年版.二部) [S]. 2005: Appendix 24-25.
- [5] State Standards of People's Republic of China, GB/T 5009.14-2003(中华人民共和国国家标准) [S]. 2003: 105.

收稿日期: 2010-01-12

HPLC-ELSD 测定复方参芪软胶囊中黄芪甲苷的含量

王春艳¹, 杨建春¹, 于庆坤¹, 张琦¹, 潘卫三² (1.唐山市妇幼保健院, 河北 唐山 063000; 2.沈阳药科大学药学院, 沈阳 110016)

摘要: 目的 建立以高效液相色谱-蒸发光散射检测法测定复方参芪软胶囊中黄芪甲苷含量的方法。方法 色谱柱为 Agilent Hypersil ODS, 流动相为乙腈-水(35:65), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 进样量为 20 μL; 蒸发光散射检测器条件: 载气(压缩空气)压力为 0.32 MPa, 载气流量 2.6 L·min⁻¹, 漂移管温度为 108 ℃。结果 黄芪甲苷进样量的线性范围为 0.402 4~4.024 0 μg (r=0.999 8); 平均回收率为 100.02%(RSD=1.41%)。结论 该方法准确度高、专属性强, 可用于该制剂中黄芪甲苷的含量测定。

关键词: 高效液相色谱-蒸发光散射检测法; 复方参芪软胶囊; 黄芪甲苷; 含量测定

中图分类号: R917.101; R927.2

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)09-0846-03

作者简介: 王春艳, 女, 硕士, 副主任药师 Tel: (0315)3726722

E-mail: langri654@sina.com

Content Determination of Astragaloside in Compound Shenqi Soft Capsule by HPLC-ELSD

WANG Chunyan¹, YANG Jianchun¹, YU Qingkun¹, ZHANG Qi¹, PAN Weisan²(1.The Women and Children's Hospital of Tangshan, Tangshan 063000, China; 2.Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC-ELSD method for the determination of astragaloside in compound shenqi soft capsule. **METHODS** The samples were determined by HPLC-ELSD on an Agilent Hypersil ODS column using acetonitrile-water(35 : 65) as the mobile phase at a flow rate of 1.0 mL·min⁻¹. The injection volume was 20 μL. The ELSD conditions were as follows: pressure of compressed air was 0.32 MPa, the flow rate of compressed air was 2.6 L·min⁻¹, drift temperature was 108 °C. **RESULTS** The linear range of astragaloside was 0.402 4–4.024 0 μg ($r=0.999\ 8$) and the average recovery rate was 100.02%(RSD=1.41%). **CONCLUSION** The method is accurate, specific and applicable for the determination of astragaloside in compound shenqi soft capsule.

KEY WORDS: HPLC-ELSD; compound shenqi soft capsule; astragaloside; content determination

复方参芪软胶囊处方由黄芪、白术、太子参、炒麦芽、防风 5 味中药组成,是在著名古方剂“玉屏风散”的基础上加味而成,具有益气健脾,固表止汗的功效。软胶囊剂崩解后在肠道内直接吸收、无需溶解过程,具有生物利用度高、药物稳定性好、服用方便的优点。本试验选择黄芪中有效成分黄芪甲苷作为指标性成分,在其相关分析和质量控制方法的基础上,建立了以高效液相色谱-蒸发光散射检测法(HPLC-ELSD)测定复方参芪软胶囊中黄芪甲苷含量的方法。结果表明,该方法准确度高、专属性强、重复性好,可用于该制剂的质量控制。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司); Alltech 2000ES 蒸发光散射检测器[美国奥泰科技(中国)有限公司]; WM-2H 型无油气体压缩机(天津市医疗器械二厂); BP-211D 电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司)。

黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号: 110781-200512; 纯度: 100%); 复方参芪软胶囊(唐山市妇幼保健院自制,批号: 090124, 090126, 090127); 甲醇、乙腈为色谱纯,其他试剂为分析纯。

2 方法与结果^[1]

2.1 色谱条件^[2]

色谱柱: Agilent Hypersil ODS (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(35 : 65); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 柱温: 25 °C; 进样量: 20 μL。蒸发光散射检测器条件: 漂移管温度: 108 °C; 载气(压缩空气)流量: 2.6 L·min⁻¹; 压力: 0.32 MPa。

2.2 样品溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取黄芪甲苷 10.06 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至

刻度, 制得浓度为 0.402 4 mg·mL⁻¹ 的黄芪甲苷贮备液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取软胶囊内容物 2.4 g, 精密称定, 加甲醇 30 mL, 超声提取 30 min, 提取液滤过, 用甲醇 20 mL 分次洗涤, 合并甲醇液, 水浴蒸干, 残渣加水 10 mL, 微热使溶解, 用水饱和的正丁醇振摇提取 4 次, 每次 40 mL, 合并正丁醇液, 用氨试液充分洗涤 2 次, 每次 40 mL, 弃去氨液, 正丁醇液蒸干, 用甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.3 空白溶液的制备 依处方量称取除黄芪外的其他药材提取物和辅料, 按“2.2.2”项下方法制备软胶囊空白溶液。

2.3 专属性试验

分别吸取供试液、对照品溶液和空白溶液各 20 μL, 注入高效液相色谱仪, 按“2.1”项下色谱条件进行测定。结果表明, 黄芪甲苷测定不受干扰, 该方法专属性强, 色谱图见图 1。

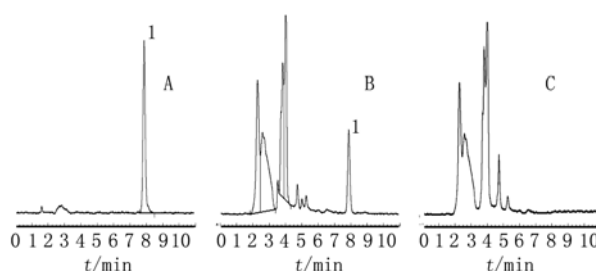


图 1 黄芪甲苷高效液相色谱图

A-对照品; B-样品; C-空白

Fig 1 HPLC chromatogram of astragaloside in different samples

A-control substance; B-sample; C-blank

2.4 标准曲线的制备

精密吸取黄芪甲苷贮备液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL, 置 10 mL 量瓶中并用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取 20 μ L 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 量取峰面积, 以进样量(μ g)的自然对数为横坐标, 峰面积的自然对数为纵坐标, 绘制标准曲线。得黄芪甲苷的线性回归方程为 $Y=9.572 X+1.130 5$ ($r=0.999 8$)。结果表明, 黄芪甲苷在 0.402 4~4.024 0 μ g 内有良好的线性关系。

2.5 稳定性试验

取供试品溶液, 室温下放置, 分别于 0, 2, 4, 8, 12 h 精密吸取 20 μ L 注入液相色谱仪, 测定。结果表明, 12 h 内待测组分峰面积无明显变化 ($RSD=2.33\%$, $n=5$), 说明供试品稳定性良好。

2.6 仪器精密度试验

精密吸取对照品溶液(0.103 9 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$), 重复进样 6 次, 测得黄芪甲苷的峰面积 $RSD=1.34\%$, 结果表明仪器精密度良好。

2.7 重复性试验

取同一批供试品 6 份, 按“2.2.2”项下方法处理, 进样测定, 结果黄芪甲苷含量的 RSD 为 2.40% ($n=6$), 说明方法重复性良好。

2.8 回收率试验

采用加样回收法。取软胶囊内容物, 精密称定, 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液 5 份, 分别加

入黄芪甲苷对照品, 测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率试验结果($n=5$)

Tab 1 Results of recovery test ($n=5$)

样品含量/ μ g	加入量/ μ g	测得量/ μ g	回收率/ %	RSD/%
1.37	0.201	1.568	98.5	1.41
1.37	0.403	1.782	102.2	
1.37	0.806	2.179	100.4	
1.37	1.613	2.971	99.3	
1.37	2.419	3.780	99.7	

2.9 样品测定

取 3 批样品, 按“2.2.2”项下方法处理, 进样测定, 计算含量。结果表明, 3 批样品的黄芪甲苷含量分别为 0.164, 0.171, 0.159 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。

3 讨论

复方参芪软胶囊是在医院制剂复方参芪颗粒的基础上, 研制开发的中药新剂型。本研究建立了 HPLC-ELSD 测定黄芪甲苷含量的方法, 为“复方参芪软胶囊”这一剂型的研究提供了可靠而适用的分析方法与评价手段。

REFERENCES

- [1] Ch.P (2005) Vol I (中国药典 2005 年版.一部)[S]. 2005: 212-213.
- [2] ZHOU H B, GE X M, FANG Z J, et al. Content determination of astragaloside in Yupingfeng granules by HPLC-ELSD [J]. J Chin Med Mater (中药材), 2007, 30(6): 739-740.

收稿日期: 2009-11-10

HPLC 测定硝酸舍他康唑尿素乳膏中硝酸舍他康唑的含量

秦荣新(广西柳州市人民医院药剂科, 广西 柳州 545006)

摘要: 目的 建立高效液相色谱法测定硝酸舍他康唑尿素乳膏中硝酸舍他康唑的含量。方法 色谱柱: Hypersil C₁₈(4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-0.01 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 磷酸氢二钠溶液(用稀磷酸调 pH=7.0)(37: 63); 流速: 1.0 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$; 检测波长: 260 nm。结果 硝酸舍他康唑在 20.4~102.0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 内线性关系良好($r=0.999 3$), 平均回收率为 99.55%, $RSD=0.73\%$ ($n=6$)。结论 此法操作简便、结果准确、精密度好, 可用于硝酸舍他康唑尿素乳膏的质量控制。

关键词: 硝酸舍他康唑; 硝酸舍他康唑尿素乳膏; 高效液相色谱法; 含量测定

中图分类号: R917.101; R917.795

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)09-0848-03

Determination of Sertaconazole Nitrate in Sertaconazole Nitrate and Urea Cream Formulation by HPLC

QIN Rongxin(The People's Hospital of Liuzhou, Liuzhou 545006, China)

作者简介: 秦荣新, 男, 主管药师

Tel: 13152520065

E-mail: qinrongxin@163.com