

加甲醇补足重量, 摇匀滤过, 弃去初滤液, 精密量取续滤液 2ml 置 25ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得供试品溶液。按上述色谱条件测定, 记录色谱图。另精密称取吲哚美辛对照品适量, 加甲醇溶解并稀释成每 1ml 约含 20 μg 的溶液作为对照品溶液, 同法测定。以外标法计算吲哚美辛含量, 结果见表 2。

三、讨论

1. 色谱条件的选择 本实验是经三种色谱系统进行了筛选。一、流动相: 醋酸钠缓冲溶液(醋酸钠 6.13g, 用水 750ml 溶解, 用冰醋酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(40:60), 检测波长: 263nm。二、流动相: 甲醇-0.77% 醋酸铵溶液(30:70), 检测波长: 320nm。三、流动相: 0.1mol/L 冰醋酸溶液-乙腈(50:50), 检测波长: 228nm。结果以第三种色谱条件的方法测定时, 吲哚美辛与其它成分达有效分离, 同时进行了不同高效液相色谱仪及不同品牌色谱柱的检测测验, 均能获得较好的色谱行为, 表明本法具有较好的耐用性。

2. 通过二极管阵列检测器对吲哚美辛峰进行光谱检测, 供试品色谱中有一与吲哚美辛对照品色谱保留时间一致的色谱峰, 其光谱行为一致且纯度

符合要求(见图 1a-c), 可以确定供试品中含有吲哚美辛。

3. 应用本法测定了七个生产企业生产的 14 个批号的天麻胶囊, 其中一个企业生产的部分样品检出含有西药成分吲哚美辛, 以阴性样品为空白进行了加样回收试验, 以及通过峰的纯度检测, 证明本法的专属性较强, 可用于中成药天麻胶囊中添加物吲哚美辛的测定。根据样品中被测成分的含量高、低可以确定样品的稀释倍数测定其含量。

4. 吲哚美辛为非甾体类消炎解热镇痛药, 对炎症性疼痛作用显著, 对痛风性关节炎及骨关节炎疗效较好, 但其副作用较强。在中成药中掺入西药成分具有很大的隐蔽性, 是以损害病人健康为代价的高科技造假。按照药品标准进行的常规检验很难发现造假行径, 在药品质量的监督过程中, 必须及时获取各方面的信息, 从药品广告、消费者的信息反馈等方面入手, 结合科学技术的力量使制假售假者无机可乘。

参考文献

- [1] 卫生部药品标准中药成方制剂第三册, 32
- [2] 中华人民共和国药典. 二部. 2005: 256

HPLC-ELSD 测定心肌康颗粒中黄芪甲苷的含量

张春辉 吴爱英 杨晓云(青岛市药品检验所 青岛 266071)

摘要 目的: 建立用高效液相色谱法蒸发光散射检测器测定心肌康颗粒中黄芪甲苷的含量测定方法。方法: 采用 Kromasil ODS C₁₈ 色谱柱(150×4.6mm, 5 μm); 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$; 流动相为乙腈-水(32:68); 流速: 1.0ml·min⁻¹; ELSD 检测器, 漂移管温度: 105 $^{\circ}\text{C}$, 气体(空气)流速: 2.6ml·min⁻¹。结果: 此法线性关系良好, 平均加样回收率为 98.06%, RSD=1.24%。结论: 方法简便可靠, 分离度好, 可用于心肌康颗粒的质量控制。

关键词: HPLC-ELSD; 黄芪甲苷; 心肌康颗粒

中图分类号: 921.2 文献标识码: A 文章编号: 1009-3656(2007)-2-68-3

Determination of Astragaloside IV in Xinjiekang Granules by HPLC-ELSD

Zhang Chunhui, Wu Aiyang, Yang Xiaoyun(Qingdao Institute for Drug Control, Qingdao 266071)

Abstract Objective: To determine the content of Astragaloside IV in Xinjiekang Granules by HPLC-ELSD. **Methods:** On an Kromasil ODS C₁₈ column(150×4.6mm, 5 μm), column temperature at 40 $^{\circ}\text{C}$. The mobile phase was acetonitrile-water(32:68) and flow rate was at 1.0ml·min⁻¹. The evaporation light-scattering detector was used with its drift tube temperature at 105 $^{\circ}\text{C}$ and the gas flow rate at 2.6ml·min⁻¹. **Result:** The calibration curve showed good linearity. The average recovery of Astragaloside IV was 98.06%, RSD=1.24%. **Conclusion:** The method is simple, rapid and reproducible. It showed that

HPLC-ELSD is a good method used for control the quality of Xinjiekang Granules.

Key words: HPLC-ELSD; Astragaloside IV; Xinjiekang Granules

心肌康颗粒是由黄芪、麦冬、当归、白芍等十余味中药组成的复方制剂,具有益气养阴、活血解毒的功效。用于治疗病毒性心肌炎病程超过一个月的急性期轻型和恢复期、迁延期轻中型属气阴两虚兼有瘀热证,症见心悸、气短、胸闷或胸痛、乏力、失眠、多梦者。

黄芪甲苷为方中君药黄芪的主要有效成分,我们采用高效液相色谱法蒸发光散射检测器测定心肌康颗粒中黄芪甲苷的含量,控制其质量。

一、仪器与试剂

LC-10A 高效液相色谱仪(日本,岛津);Alltech 2000 ELSD;乙腈为色谱用试剂,其它试剂均为分析纯;黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号:0781-200311);心肌康颗粒(青岛国风药业股份有限公司,批号为:041102,050305,050601)。

二、试验与结果

1. 色谱条件

色谱柱:Kromasil ODS C₁₈, 5 μ m, 150 \times 4.6mm;流动相:乙腈-水(32 : 68);柱温:40 ;流速:1.0ml \cdot min⁻¹;ELSD 检测器条件:漂移管温度为 105 ,气体(空气)流速为 2.6ml \cdot min⁻¹;理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于 4000。

2. 线性关系考察

精密称取黄芪甲苷对照品适量,加甲醇制成每 1mL 含黄芪甲苷 0.9396mg 的溶液,然后加甲醇稀释成浓度为 0.09396, 0.18792, 0.37584, 0.56376, 0.65772mg \cdot mL⁻¹ 的溶液,精密吸取 20 μ l,注入高效液相色谱仪,依法测定,以黄芪甲苷峰面积常用对数值为纵坐标 Y,浓度常用对数值为横坐标 X,绘制标准曲线,结果表明黄芪甲苷在 1.8792 ~ 18.7920 μ g 之间呈良好的线性关系。回归方程: $LgA = 1.6518LgC + 6.8322$ $r = 0.9998$ 。

3. 溶液的制备

对照品溶液的制备 精密称取黄芪甲苷对照品适量,加甲醇制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取心肌康颗粒装量差异项下的的供试晶 5g,精密称定,置索氏提取器中,加甲醇 100mL 回流提取 4 小时,提取液回收溶剂并浓缩至干,残渣加水 10mL,微热使溶解,用水饱和正丁醇振荡提取 4 次,每次 20mL,合并正丁醇液,浓缩,用

1% 氢氧化钠溶液洗涤 2 次,每次 20mL,弃去氢氧化钠溶液,再用正丁醇饱和的水洗涤 2 次,每次 20mL,弃去水液,正丁醇液蒸干,残渣用甲醇溶解并转移至 5mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

4. 专属性试验

阴性对照溶液的制备 按质量标准中处方比例制成缺黄芪的样品,按照供试品制备方法制备阴性对照溶液,依法测定。结果表明,本方法中其它成分对黄芪甲苷的测定无干扰,结果见图 1。

5. 精密度试验

精密吸取黄芪甲苷对照品溶液(0.37584mg \cdot mL⁻¹),重复进样六次,测定黄芪甲苷峰面积积分值的平均值为 1430840.3,其 RSD= 1.673%。

6. 稳定性试验

精密吸取供试品溶液,在相同的色谱条件下于 0, 1, 12, 24, 48, 72h 进行测定,测得黄芪甲苷峰面积积分值的平均值为 2883506,其 RSD= 1.26% (n= 6)。结果表明,本方法的供试品溶液在 3 天内稳定。

7. 重复性试验

精密称取供试品(批号:050305)共 6 份,依法测定黄芪甲苷含量,测得 6 份含量平均值为 0.587mg/g, RSD= 0.552% (n= 6)。说明此方法重复性较好。

8. 回收率试验

精密称取已知含量的心肌康颗粒(批号:050305)适量,分别精密加入黄芪甲苷对照品适量,按供试品溶液的制备方法及以上色谱条件进行测定,计算回收率,结果见表 1。

9. 样品的含量测定

取三批样品装量差异项下的内容物,依法测定,结果见表 2。

表 1 回收率试验:(n= 9)

样品编号	样品量 g	样品中黄芪甲苷的含量 mg	对照品加入量 mg	测定总量 mg	回收率 %	平均回收率 %	RSD %
1	1.2149	0.7136	1.1275	1.820	98.114%		
2	1.2170	0.7148	1.1275	1.813	97.403%		
3	1.2237	0.7187	1.1275	1.832	98.697%		
4	2.4337	1.4294	0.7517	2.148	95.611%		
5	2.5216	1.4811	0.7517	2.229	99.531%	98.06	1.24
6	2.5369	1.4901	0.7517	2.237	99.361%		
7	3.6736	2.1577	0.3758	2.523	97.097%		
8	3.8231	2.2455	0.3758	2.616	98.543%		
9	3.7106	2.1794	0.3758	2.548	98.168%		

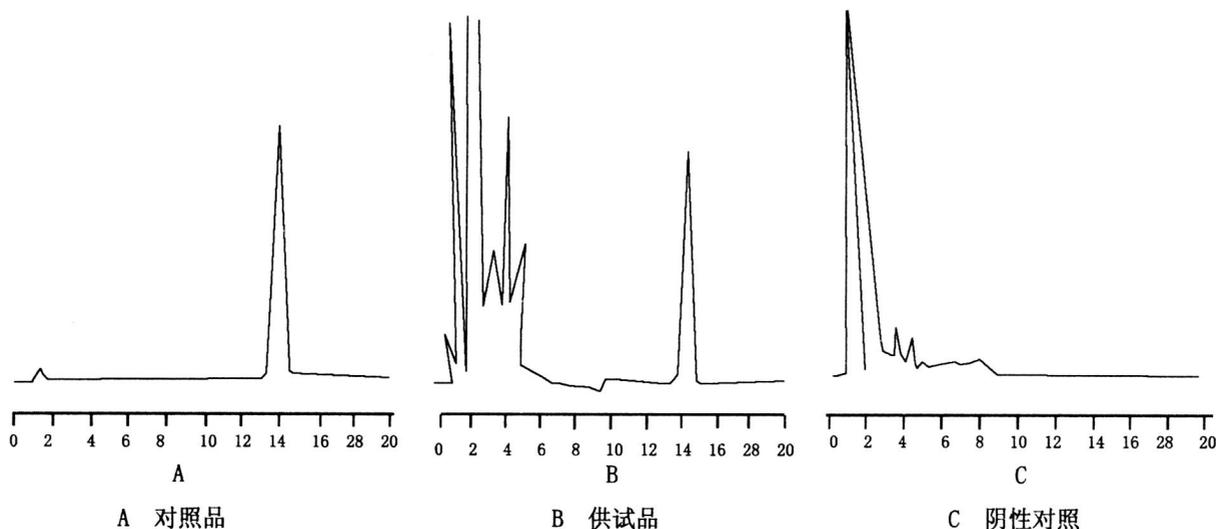


图 1 HPLC 色谱图

表 2 样品中黄芪甲苷的含量测定结果 (n=3)

批号	黄芪甲苷含量 (mg/袋)	RSD%
041102	5.764	0.63
050305	9.333	2.15
050601	8.809	0.65

三、讨论

黄芪甲苷紫外吸收较差, 目前多用薄层色谱法测定其含量, 方法重现性差, 测定结果不准确。采用高效液相色谱法蒸发光散射检测器测定心肌康颗粒

中黄芪甲苷的含量, 可以有效的排除溶剂的干扰, 该方法重现性、准确度、灵敏度准确度均能符合含量测定的要求, 是一种检测黄芪甲苷的有效方法^{[1][2][3]}。

参考文献

- [1] 国家药典委员会, 中华人民共和国药典 2005 年版一部: 212-213
- [2] 鄢立新, 不同厂家黄芪注射液中黄芪甲苷的含量考察. 中成药, 2004, 26(8): 626-628
- [3] 陈岳蓉, HPLC-ELSD 测定芪鹿益肾片中黄芪甲苷的含量. 中成药, 2004, 26(8): 629-631

HPLC 法测定三七止血胶囊中没食子酸的含量

杨毅生^① 王 栋^① 徐冬平^② 王仕平^③ (①江西省食品药品检验所 南昌 330046, ②江西中医学院 2005 届毕业生, ③江西省宜春市食品药品检验所 宜春 336000)

摘要 目的: 建立 HPLC 法测定三七止血胶囊中没食子酸含量的方法。方法: 色谱柱为 C₁₈, 以甲醇-0.05% 磷酸溶液 (15 : 85) 为流动相, 检测波长 271nm。结果: 平均回收率为 99.3%, RSD 为 0.47% (n=5)。结论: 该法简便、灵敏、准确, 重现性好。

关键词: 三七止血胶囊; 没食子酸; 高效液相色谱法

中图分类号: 921.2 文献标识码: A 文章编号: 1009-3656(2007)-2-70-3

Determination of Gallic Acid in Sanqi Zhixue Capsule by HPLC

Yang Yi-sheng^①, Wang Dong^①, Xu Dong-ping^②, Wang Shi-ping^③ (①Jiangxi Institute for Food and Drug Control, Nanchang 330046; ②Jiangxi Provincial Chinese Medicine College; ③Yichun Institute for Food and Drug Control of Jiangxi Province, Yichun 336000)

Abstract Objective: To establish an HPLC method for the determination of Gallic Acid in Sanqi Zhixue Capsule. **Method:** The HPLC method was developed for the determination of Gallic Acid in Sanqi Zhixue Capsule on C₁₈ column, using methanol-0.05% phosphoric acid solution (15 : 85) as mobile phase; detective wavelength at 271nm. **Result:** The average recovery is 99.3% and the RSD is 0.47% (n=5). **Conclusion:** The method is simple, sensitive and accurate with good reproducibility.