

=0.62%。

4. 稳定性试验 取同一批样品,按“8”项方法操作,每隔 1h 测定 1 次,在 12h 内溶液稳定,RSD=1.28%。

5. 重现性试验 取同一批样品(批号 20010501),精密称定 6 份,分别按“8”项方法操作,样品中绿原酸的平均含量为每片 0.50mg,RSD=1.09%。

6. 阴性对照的测定 取不含有金银花药材的样品,按“8”项方法操作。结果表明,本品处方中的其他药材不含绿原酸成分,色谱图见图 1。

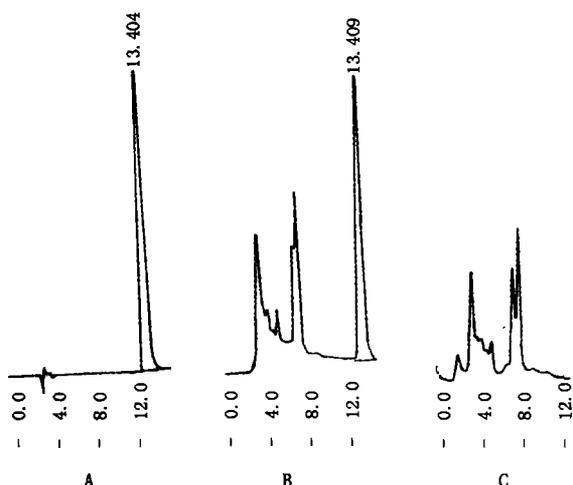


图 1 对照品(A)、样品(B)及空白阴性对照(C)的高效液相色谱图

A. 绿原酸 B. 维 C 银翘片 C. 空白阴性对照

7. 回收率试验 取已知含量(0.50mg/片)同一批号样品适量(约相当于绿原酸 0.25mg),共 6 份,分别精密加入绿原酸对照品溶液($50\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$),按“8”项方法制备供试品溶液并进行测定,平均回收率为 98.2%($n=6$),RSD=1.59%。

8. 样品含量测定 取样品 20 片,降去糖衣,研细,精密称取适量(相当于绿原酸 5mg),置 100mL 量瓶中,加甲醇适量,超声 30 min,放冷至室温,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取滤液 $5\mu\text{L}$ 进样分析,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果($n=3$)

批号	绿原酸含量(mg/片)	RSD(%)
20010501	0.50	1.2
20010502	0.52	1.0
20010504	0.48	1.5

三、讨论

1. 流动相的选择 选用 CLC-ODS 柱,用不同比例的甲醇-水-冰醋酸为流动相进行分离,结果采用甲醇-水-冰醋酸(20:80:0.8)对样品的分离度、峰形都比较好。绿原酸和其他成分能很好地分开。

2. 提取条件的选择 以甲醇作溶剂分别用热回流提取,超声处理 2 种方法,每种方法采用 10min,30min,1 h 3 个时间,结果表明,超声处理测得的绿原酸的含量大于热回流方法所得含量,超声 30 min 和 1 h 所得含量无明显差别,并都大于 10min 的含量。

3. 实验中发现,储存在透明量瓶中的绿原酸对照品溶液,随放置时间增长,在绿原酸峰右侧多出一小峰,而放置在棕色瓶的绿原酸对照品溶液无此现象。因此,对照品溶液与供试品溶液在操作中应注意避光。

4. 本文建立的方法专属性强,可满足质量控制的要求。

参考文献

[1] 玉宝琴主编. 中成药质量标准与标准物质研究. 中国医药科技出版社,1994

反相高效液相色谱法测定腹泻宁胶囊中没食子酸的含量

沈丽娟 叶雪莹 唐秋竹 马林(吉林省药品检验所 长春 130062)

摘要 目的:建立腹泻宁胶囊的含量测定方法。方法:反相高效液相色谱法。Diamondsil C_{18} 色谱柱,甲醇-水-磷酸(20:80:0.5)为流动相,流速为 $0.5\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$,检测波长为 267nm。结果:没食子酸在 $60.6\sim 545.4\mu\text{g}$ 浓度范围内与峰面积呈线性关系。方法的平均回收率为 99.01%,RSD 为 1.44%($n=5$)。结论:方法简便,结果准确,可用于腹泻宁胶囊的质量控制。

关键词 泻子;没食子酸;腹泻宁胶囊;高效液相色谱法

Determination of Gallic Acid in Fuxieng Capsules By HPLC

Shen Lijuan, Ye Xueying, Tang Qiuzhu, Ma Lin (Jilin provincial Institute for Drug Control, Changchun, 130062)

Abstract Objective: To establish a determination method of gallic acid in Fuxieng capsules. **Methods:** RP-HPLC, Chromatographic Column is DIAMONSIL C₁₈ (5 μ , 4.6 \times 250mm). The mobile phase is consisted of Methanol-water-phosphoric acid (20 : 80 : 0.5) and the detection wavelength is 267nm. **Results:** The linear ranges were between 60.6~545.4 μ g for Gallic Acid. The mean recovery was 99.01%, RSD=1.44% (n=5). **Conclusion:** The method is convenient, accurate and can be used for the quality control of Fuxieng Capsules.

Key Words Fructus Chebulae; gallic acid; Fuxieng Capsules; HPLC

腹泻宁胶囊是由诃子、防风、苍术、茯苓等十四味药组成的复方制剂,具有化湿健脾,收涩止泻之功效。临床用于腹泻,脾虚,食积等症。诃子为方中之君药,其所含成分没食子酸为该制剂中主要有效成分之一,故选择没食子酸作为定量指标,以控制该产品质量。本文采用 HPLC 法测定腹泻宁胶囊中没食子酸的含量,获得满意结果。

一、仪器、试剂与样品

Agilent 1100 series 高效液相色谱仪;没食子酸对照品,购自中国药品生物制品检定所(供鉴别用,批号 0831—9501),经归一化测定其含量为 99.42%,符合含量测定用对照品的要求;甲醇为优级纯试剂,其它试剂均为分析纯;样品由吉林省东丰药业股份有限公司提供。

二、方法和结果

1. 色谱条件 色谱柱: Diamonsil C₁₈ 5 μ m (4.6 \times 250) mm; 流动相: 甲醇—水—磷酸 (20 : 80 : 0.5); 流速: 0.5 mL \cdot min⁻¹; 检测波长: 267nm; 柱温: 40 $^{\circ}$ C; 进样量: 5 μ l。在此条件下,样品中没食子酸与其相邻峰能达到基线分离,其保留时间为 10.89min,理论板数 N=8055。

2. 测定波长的选择 没食子酸对照品的 50% 甲醇溶液,经 Shimadzu UV-265FW 型分光光度计在 190~350nm 波长范围内进行光谱扫描,得光谱图,在 214 和 267.4nm 波长处有两个吸收峰。本方法选择 267nm 为测定波长。

3. 流动相及柱温的选择 参照文献^[1],选择甲醇—水—磷酸 (20 : 80 : 0.5) 为流动相,在室温下,样品中没食子酸峰与其相邻峰分不开,经考察柱温影响分离度,将柱温升至 40 $^{\circ}$ C,再以同样的流动相则可使其完全分离,故选择柱温 40 $^{\circ}$ C。

4. 对照品溶液及供试品溶液的制备 精密称取没食子酸对照品适量,加 50% 甲醇制成每 1ml 含 60 μ g 的溶液,作为对照品溶液。取本品胶囊内容物约 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加氯仿 50ml,超声处理 30 分钟,滤过,弃去滤液,残渣挥干溶剂,

连同滤纸放回锥形瓶中,精密加入 50% 甲醇 50ml, 密塞,称定重量,放置 2 小时,超声处理 (功率 250W,频率 25KHz) 30 分钟,取出,放至室温,称定重量,以 50% 甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液。

5. 阴性干扰试验 取不含诃子的阴性样品,按供试品溶液制备方法制得阴性对照溶液。精密吸取对照品溶液、供试品溶液及阴性对照溶液各 5 μ l,分别进入液相色谱仪,按上述色谱条件测定,结果阴性对照在没食子酸相应的保留时间处无干扰,见附图。

6. 线性关系考察 取没食子酸对照品,精密称取 15.15mg,置 25ml 量瓶中,加 50% 甲醇溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液 0.2, 0.6, 1.0, 1.4, 1.8ml,置 10ml 量瓶中,加 50% 甲醇溶液至刻度,摇匀。在上述色谱条件下,分别进样 5 μ l,进行测定。以没食子酸对照品浓度 (μ g \cdot mL⁻¹) 为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程为: $Y = 5.912X + 9.816$, $r = 0.9999$,结果表明没食子酸在 60.6~545.4 μ g 范围内,具有良好的线性关系。

7. 精密度试验 取样品 (批号 20020301),依法制成供试品溶液,重复进样 5 次,测得峰面积,结果 RSD=1.03%。

8. 稳定性试验 取 7 项下供试品溶液,在 0、4、8、22、33 h 分别进样 5 μ l,记录峰面积,计算含量,结果 RSD=1.74%,表明供试品溶液在 33 小时内稳定。

9. 重现性试验 取样品 (批号 20020301) 5 份,依法独立测定,结果没食子酸的含量分别为每粒 1.37、1.35、1.36、1.38、1.37mg (RSD=0.83%),表明本法重现性较好。

10. 回收率试验 采用加样回收法。精密称取已测知含量的样品 0.25g (批号 20020301,含量为每粒 1.3643mg,即 5.2677mg \cdot g⁻¹),精密加入没食子酸对照品 1.313mg (1.01mg \cdot ml⁻¹ 的对照品溶液,加 1.3ml),依法测定,计算回收率,结果见表 1。

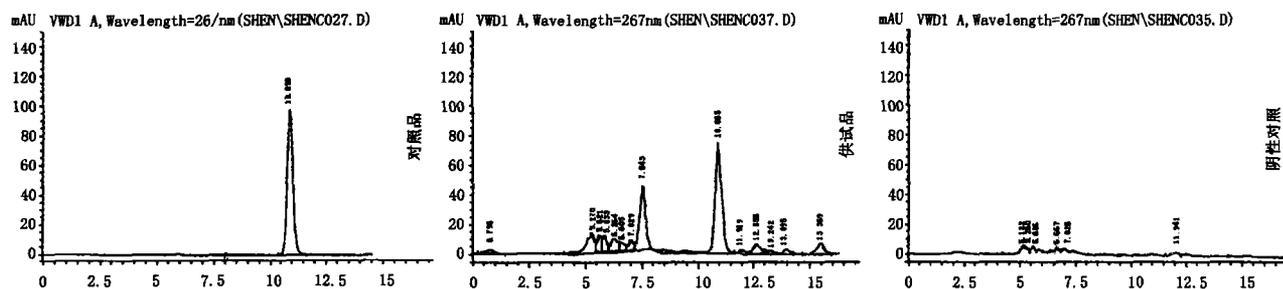


表 1 回收率试验结果

NO	取样量 (g)	样品中含量 (mg)	加标量 (mg)	测出量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	0.2524	1.3296	1.313	2.6469	100.33		
2	0.2533	1.3343	1.313	2.6393	99.39		
3	0.2541	1.3385	1.313	2.6484	99.76	99.01	1.44
4	0.2538	1.3369	1.313	2.6360	98.94		
5	0.2519	1.3269	1.313	2.5955	96.62		

11. 样品测定 依法测定样品三批,结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果(n=2)

批号	没食子酸含量(mg/粒)
20020301	1.38
20020302	1.30
20020305	1.37

三、讨论

1. 为选择样品提取方法,进行了超声法与回流法及浸渍时间的比较试验,结果以回流法制得的供试品溶液没食子酸峰的峰面积不稳定,重现性极差(可能是由于没食子酸受热不稳定,易聚合所致),故

不采用回流法。而用超声法提取,重现性很好。

浸渍时间的比较 样品在超声前分别浸渍 0 小时、2 小时、过夜,在同样条件下测定,结果浸渍 0 小时者,峰面积为 1480.90686,浸渍 2 小时、过夜者峰面积分别为 1565.53247,1541.30090,二者没有明显差别,故选择浸渍时间为 2 小时。

2. 以上方法学考察表明,本含量测定方法具有一定的精密性、准确性与稳定性,方法简便可行,适于作该制剂的质量控制方法。

参考文献

- [1] 刘起中,张家国,李京平. HPLC 法测定猴耳环消炎片中没食子酸的含量. 中成药,2001,23(9)

反相高效液相色谱法测定蒙药如意珍宝丸中梔子苷的含量

李慧超 李景清 刘捷(内蒙古自治区通辽市药品检验所 通辽 028000)

摘要 为建立蒙药如意珍宝丸中梔子苷的含量测定,用 Hypersil—C₁₈ 柱(4.6×200mm 5μm),柱温 30℃,乙腈—水(15:85)为流动相;流速:1.0ml/min,检测波长:238nm;外标法定量。结果:梔子苷组分与其它组分峰达基线分离,浓度在 11.54~57.52μg/ml 的范围内,峰面积值与进样量呈良好的线性关系(r=0.9998),平均回收率为 98.21%,RSD=1.3%。该方法简便准确可靠,可用为本品质量控制方法。

关键词 反相高效液相色谱法;如意珍宝丸;梔子苷

如意珍宝丸是由石膏、地锦草、白云香、诃子、梔子、珍珠等二十九味药制成的蒙药制剂。用于半身不遂,风湿,类风湿,布病,肌筋萎缩,神经麻痹,肾损伤,瘟热病,久热不愈等症^[1]。笔者选用梔子苷作为含量测定指标,建立了蒙药如意珍宝丸中梔子苷的含量测定方法^[2]。

1 仪器与试药

1.1 仪器:FRANK—2000 型高效液相色谱仪(中国大连),紫外—可变波长检测器,FRANK—2000 汉化色谱工作站,TP—300 超声波清洗机,色谱柱:Hypersil C₁₈(200×4.6mm,粒度 5μm)。

1.2 试药与试剂 乙腈为色谱纯,水为高纯