

高效液相色谱法测定消食颗粒剂中熊果酸的含量

黄玲 李斌¹ 曾爱华¹ (赣州 341000 江西省赣州市人民医院药剂科; ¹ 南昌 330006 江西中医学院药学系)

消食颗粒剂是由山楂、神曲、白术、麦芽等 6 味中药组成。具有消食健胃, 行气导滞的功效。为了建立该制剂的质量控制标准, 本文用高效液相色谱法对该制剂中用量较大的山楂所含熊果酸的含量进行了测定。方法操作方便, 结果准确可靠, 可以作为控制该制剂质量的方法。

1 仪器与药品

高效液相色谱仪: 美国 Waters-510 双泵, 996 (PDA) 检测器, U_{6K} 进样品, Millennium 2010V2.0 色谱管理系统, 色谱柱: NOVA-PakC₁₈ (规格 150mm × 3.9mm), 粒径 4μm, 保护柱为 G8, 粒径 4μm。对照品: 熊果酸(中国生物药品检定所提供)。药品: 冰醋酸、醋酸乙酯、甲醇等均为分析纯。甲醇临用前重蒸 1 次。水为重蒸馏水。

2 分析条件的确定

2.1 对照品溶液的配制 精密称取熊果酸对照品 5mg 至 25ml 量瓶中, 用无水乙醇溶解并稀释至刻度。

2.2 样品供试液的制备 精密称取消食颗粒剂 15g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入无水乙醇 100ml, 充分振摇后超声处理 30min, 静置, 取上清液过 0.45μm 的微孔滤膜, 收集滤液即得。

2.3 流动相 用双泵调节甲醇与醋酸水溶液的比例, 使其

能排除其它成份的干扰, 使熊果酸的保留时间和峰形相合适, 最后选定甲醇-水-冰醋酸(33: 67: 0.2)。

2.4 标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液 1、2、3、4、5ml 置 10ml 量瓶中, 用无水乙醇稀释至刻度, 摇匀, 在上述色谱条件下, 进样 10μg, 进行测定, 以浓度对峰面积作图, 得一直线, 其回归方程: $Y = 925.9X + 472$, $r = 0.9998$ 。在浓度 20μg/ml ~ 100μg/ml 范围内线性关系良好。

3 样品的测定

精取样品供试液 10μl, 进行测定, 以外标法计算熊果酸的含量, 结果如表。

表 消食颗粒剂中熊果酸的含量 ($n = 3$)

样品批号	980222	980512	980703	980914	981020	\bar{x}	RSD(%)
含量(%)	0.0374	0.0367	0.0383	0.0408	0.0417	0.03898	5.57

4 回收率实验

精密加入不同量的熊果酸标准品溶液至已测含量的样品中, 按上法提取并测定熊果酸的总量, 扣除样品中熊果酸的量计算回收率。测得平均回收率为 100.7%, RSD 为 1.91%。

收稿日期: 2001-04-05