

高效液相色谱法测定锡类散中靛蓝含量

许菊¹, 朱雅敏² (1. 绍兴市药品检验所, 浙江 绍兴 312000; 2. 绍兴市三越医药有限责任公司)

摘要:目的 建立 HPLC 法测定锡类散中靛蓝含量。方法 Shim-pack CLC-ODS 色谱柱; 甲醇-0.1% 乙酸水溶液 (73:27) 为流动相; 检测波长 285nm。结果 方法的平均加样回收率为 99.1%, RSD=1.2% (n=5); 靛蓝在 0.0634~0.1902 μg 范围内线性良好。结论 方法简便、准确, 重现性好, 可作为锡类散的含量测定方法。

关键词: 锡类散; 靛蓝; HPLC

Determination of Indigo in Xilei San by HPLC

XU Ju¹, ZHU Ya-min² (1. Shaoxing Institute for Drug Control, 2. Shaoxing Sunyear Pharmaceutical Co, LTD, Shaoxing 312000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish the method of determination of the contents of Indigo in Xilei San by HPLC. **METHOD**

The determination was performed by HPLC using Shim-pack CLC-ODS column, methanol-0.1% Hac (73 : 27) as mobile phase and wavelength at 285nm. **RESULTS** The average recovery was 99.1 %. RSD was 1.2 %. There was a good linear relationship between the absorption area value and the concentration in the range of 0.0634~0.1902 μg for Indigo. **CONCLUSION** The method is simple, accurate, reproducible and can be used for content determination of Xilei San.

KEY WORDS: Xilei San; Indigo; HPLC

锡类散由象牙屑、青黛、冰片、牛黄、壁钱炭、珍珠和人指甲七味中药组成, 具解毒化腐作用, 用于咽喉糜烂肿痛。其中青黛占总处方量的近 42%, 现采用 HPLC 法对青黛中主要成分靛蓝含量进行测定, 以供产品质量控制。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪, Agilent 1100 化学工作站, VWD 检测器; 靛蓝对照品 (供含量测定) 由中国药品生物制品检定所提供; 甲醇为色谱纯, 氯仿、乙酸为分析纯, 水为重蒸馏水; 锡类散为太极集团浙江东方制药有限公司生产。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Shim-pack CLC-ODS 6.0mm×150mm; 流动相: 甲醇-0.1% 乙酸水溶液 (73:27); 流速 1.0mL/min; 检测波长: 285nm; 柱温: 35℃; 进样量 10 μL。

2.2 对照品溶液的制备

取靛蓝对照品适量, 精密称定, 加氯仿制成 12.68 μg/mL 溶液, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液制备

取锡类散样品约 0.1g 精密称定, 加氯仿 70mL 于水浴中回流 1.5h, 冷却过滤, 用氯仿定容至 100mL 量瓶中, 作为供试品溶液。

2.4 空白试验

按处方比例配制缺青黛的阴性对照样品, 取 0.1g 依照供试品溶液制备法制得阴性对照溶液。按照上述色谱条件吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液, 分别注入色谱

仪, 结果见图 1。实验结果表明: 阴性对照样品中的组分不干扰靛蓝测定。

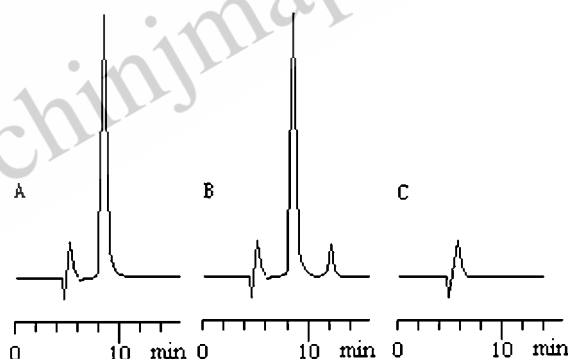


图 1 空白试验色谱图

A. 对照品; B. 样品; C. 阴性对照

2.5 线性关系考察

分别吸取浓度为 12.68 μg/mL 的对照品溶液 5, 7.5, 10, 12.5, 15, 17.5 μL, 依次进样, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分值为纵坐标, 以靛蓝进样量 (μg) 为横坐标, 绘制标准曲线, 回归方程为: $Y = 4105.05X - 0.94$, $r = 0.99998$, 结果表明靛蓝在 0.0634~0.22191 μg 范围内线性良好。

2.6 精密度试验

精密吸取对照品溶液 10 μL, 注入色谱仪, 按上述条件试验, 重现 6 次, 靛蓝峰面积积分值的 RSD 为 0.44%。

2.7 重现性试验

取同一批号样品 (0302001) 5 份, 分别按样品测定法测定, 测得 5 次结果: 靛蓝含量为 11.09mg/g, RSD 为 1.6%。

2.8 稳定性试验

对照品溶液和样品溶液(批号 0302001)分别每隔 1.5h 进样 10 μ L,记录靛蓝峰面积,5 次测得对照品和样品峰面积的 RSD 分别为 0.4%和 1.0%,表明对照品和样品溶液在 7.5h 内稳定。

2.9 加样回收率试验

取已知含量样品(批号 0302001)5 份,精密加入对照品溶液适量,按供试品溶液制备操作,按样品测定法测定,计算回收率,测得靛蓝平均回收率为 99.1%,RSD 为 1.2%。

表 1 靛蓝回收率试验结果($n=5$)

样品中量 (μ g)	加入量 (μ g)	总量 (μ g)	回收率 (%)	平均 (%)	RSD (%)
1364	405	1745	98.6	99.1	1.2
1357	405	1753	99.5		
1390	338	1707	98.8		
1350	338	1708	100.9		
1355	270	1590	97.8		

3 样品的测定

精密吸取供试品溶液、对照品溶液各 10 μ L,按上述色谱条件测定,以外标法计算样品中靛蓝的含量,共测定三批样品,结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果($n=3$)

批号	含量 (mg/g)	RDS(%)
0302001	11.95	0.8
0304001	10.86	0.3
0211001	10.46	0.7

4 讨论

靛蓝在热氯仿中溶解度大,供试品溶液的制备法分别采用了氯仿热浸、超声处理、索氏提取和热回流法,经比较以热回流法效果最为理想;对回流时间也作了考察,因样品为散剂较易均匀取样,溶剂亦较易渗透,1.5h 能达到提取完全效果。本法测定锡类散中靛蓝含量,方法简便、快速、准确,可供作产品质量控制使用。

参考文献

- [1] 卫生部药品标准. 中药制剂,第二册. 283.
- [2] 孙立新,佟立今. 复方板蓝根颗粒定量方法的研究. 中国现代应用药学,2002,19(2):138-140.
- [3] 曹红,刘云. 高效液相色谱法测定复方青黛片中靛蓝和定玉红的含量. 药物分析杂志,1999,19(3):195-196.

收稿日期:2003-07-15