

高效液相色谱法测定人参归脾丸中 α -香附酮的含量

严 红 杨 凯 郭 伟 (天津中医学院第一附属医院, 天津 300193)

人参归脾丸具有益气养血、开胃健脾、安神增智之效。收载于九〇版《天津市药品标准》, 为了稳定药品质量, 增加内控检验项目, 我们采用高效液相色谱法对丸中 α -香附酮成分进行了定量研究。

1 仪器、试剂及样品

日本岛津 LC-6A 高压液相色谱仪; SIL-6A 自动进样器; CR-3A 数据处理机, YWG-C18 (5cm $\times$ 6mm) 预柱, ZORBA X-ODS (25cm $\times$ 4.6mm), 柱温: 40 $^{\circ}$ C, 检测波长 254nm。

α -香附酮标准品: 由卫生部生物制品检定所提供, 含量为 0.0223 μ g/ μ l。

人参归脾丸: 市售品, 天津达仁堂制药厂生产。

2 实验方法与结果

2.1 样品液的制备

取三批人参归脾丸适量, 分别剪碎, 混匀。各精

密称取三份, 每份 5g, 置于滤纸筒中, 再将滤纸筒放入纱氏提取器中, 以适量甲醇浸泡 2h 后, 用玻璃棒将药搅散, 再加 20ml 甲醇, 水浴回流提取约 7 小时, 取出, 待提取液冷却后, 滤至 50ml 容量瓶中, 以甲醇定容至刻度, 摇匀。即得。

2.2 标准曲线的绘制:

依次吸取 α -香附酮标准液 (0.0223 μ g/ μ l) 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5ml, 置 5ml 容量瓶中, 甲醇稀释至刻度, 摇匀。进样 10ml 测定, 以峰面积值为横坐标, 标准液的含量为纵坐标绘制标准曲线。在 17.51—87.53ng 范围内峰面积与含量的线性关系良好。计算回归方程为 $C=6.38 \times 10^{-4}A+4.45$, $r=0.9995$ 。

2.3 样品的含量测定

将三批药丸的样品液依次进样测定, 进样量为

2 μ l, 按外标二点法计算含量, 结果分别为 0.00966 $\pm$ 0.373; 0.00895 $\pm$ 1.67; 0.01011 $\pm$ 3.04 ($n=3$)

2.4 重现性实验

照前述1法制备同一批药丸的样品液4份, 每份进样2次, 进样量2 μ l, 测得 α -香附酮平均含量为

0.00962%, 变异系数为0.86%。

2.5 加样回收实验

精密吸取上述样品液和标准液各1ml混合均匀后进样2ml分析测定, 得回收率值为98.6%。

收稿日期: 1997-05