

制剂(0.4496%)适量,加对照品适量,照供试品溶液制备方法制备供试液。精密吸取供试液 40 $\mu$ l,按洗脱率测定方法测定含量,计算回收率。结果见表 1。

表 1 加样回收率试验

样品量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
9.01	5.20	14.07	97.3
9.49	5.40	14.69	96.3
9.41	4.80	14.05	96.7
9.44	4.90	14.22	97.6
9.03	5.10	14.01	97.6
平均值 97.1%		RSD=0.60%	

表 2 沙日嘎-4 汤中姜黄素的测定结果(%)

样品	编号	含量	$\bar{x} \pm s$	RSD
成 药	1	0.3348	0.3351 $\pm$ 0.0043	1.3%
	2	0.3323		
	3	0.3405		
	4	0.3288		
	5	0.3390		
	6	0.3351		
自 拟 制 剂	1	0.4366	0.4496 $\pm$ 0.0072	1.6%
	2	0.4556		
	3	0.4502		
	4	0.4544		
	5	0.4544		
	6	0.4464		

4.5 样品含量测定 精密吸取供试品溶液 40 $\mu$ l 点于同一块备用硅胶 G 板上,展开,洗脱、测定方法如同洗脱率测定方法。结果见表 2。

## 5 讨论

5.1 在所选定薄层色谱条件下,薄层色谱仍有轻微拖尾或分解现象,故回收率偏低,由于回收率偏低,故标准品溶液通过薄层色谱作标准曲线,其回归方程为  $A=113.3 \times 10^{-3}c+0.1 \times 10^{-3}$ ,  $r=0.9999$ 。

5.2 据文献<sup>[2]</sup>,光照能促进样品在薄层板上的分解,但样品在甲醇中稳定,室内放置 4h 吸光度不变。本文层离操作不避光条件下,放置 0.5h 以内用甲醇洗脱、定容对结果无影响。

## 参考文献

- 1 内蒙古自治区卫生厅编. 内蒙古蒙成药标准. 赤峰:内蒙古科学技术出版社,1984:265
- 2 陈建民,陈毓亨,余竞光,等. 我国姜黄属植物的研究(IV),姜黄属根茎和块根中姜黄素类化合物的含量测定. 中草药,1983,14(2):11~14
- 3 李吉来. 如意金黄散中姜黄素的含量测定. 中成药,1990,12(7):14~15

(收稿:1997-07-15)

# 消炎利尿胶囊中熊果甙的含量测定

高天兵 于健东 田金改

(中国药品生物制品检定所中药室 北京 100050)

消炎利尿胶囊是由熊果叶(*Artostaphylos uva-ursi* L. Spreng)、南瓜子油等组成,用于治疗急慢性膀胱炎等症。主药熊果叶中熊果甙(Arbutin,4-羟基苯酚-葡萄糖甙)具有抑菌、治疗尿路感染的作用<sup>[1]</sup>。本文采用高效液相法对其进行了含量测定研究。本方法简便、快速、灵敏度高。

## 1 仪器与试剂

PE 公司 LC-250 高效液相色谱仪;Supelco 公司 C<sub>18</sub> 预处理柱;熊果甙对照品由德国提供,纯度 > 98%(归一化法);其余试剂均为分析纯。样品由德国芬克公司提供,批号为 5007、5008、5009。

## 2 色谱条件

Spheri-5 RP-8(5 $\mu$ , 220 $\times$ 4.6mm) 色谱柱;流动相:甲醇-水(含)0.001M 磷酸二氢钾-磷酸氢二钠制法:分别取磷酸二氢钾 0.136g、磷酸氢二钠 0.358g,加水溶解,制成 1000ml 的溶液,即得(2:98);流速:1.0ml/min;检测波长:280nm;柱温:室温;灵敏度:0.001AUFS。

## 3 线性关系考察

精密称取熊果甙对照品 12mg,加 90% 甲醇溶解并稀释至 10ml 量瓶中,即为对照品溶液。分别取对照品溶液 1、2、3、4、5 $\mu$ l,注入色谱仪,测定峰面积,以进样量( $\mu$ g)为横坐标,峰面积为纵坐标,进行线性回归,其回归方程为  $Y=414812x-6355$ ,  $r=0.9999$ 。

## 4 精密度考察

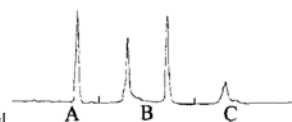
取熊果甙对照品溶液,连续进样 5 次,所得峰面积经计算其 RSD 为 0.78%。

## 5 加样回收试验

取样品 0.1g,精密加入对照品溶液 1ml,按样品测定项下操作,结果其平均回收率为 104.5%,RSD 为 2.44%( $n=5$ )。

## 6 空白试验

取药材适量,按样品制备工艺制得不含熊果叶的空 附图 HPLC 色谱图  
白对照,按样品测定项下同 A. 对照品 B. 样品  
法制得空白对照溶液,注入 C. 空白对照



色谱仪,测定,结果证明空白无干扰。

## 7 样品测定

取样品内容物 0.2g,精密称定,加甲醇-醋酸乙酯(4:1)30ml,超声处理 15min 过滤,残渣加甲醇 30ml,超声处理 15min,过滤,合并滤液,滤液浓缩近干,加硅胶 0.5g 搅拌,挥干溶剂,置一盛有 3g 硅胶的玻璃柱( $\Phi$ 2cm)上,以乙醚洗至无色,再以甲醇-水(8:2)50ml 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加水适量溶解,转移至  $C_{18}$  预处理柱,用水 20ml 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加 90% 甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中,稀释至刻度,即得样品溶液。精密吸取样品溶液 10 $\mu$ l,注入色谱仪,根据峰面积计算,结果 3 批样品含量为 7.2、7.5、8.0mg/粒。

## 8 讨论

**8.1** 本试验曾采用  $C_{18}$ -ODS 柱进行分析,各组分虽然可以有效分离,但保留时间过小,经试验,改用  $C_8$ -ODS 色谱柱。

**8.2** 本试验流动相曾选用乙腈-水、甲醇-3%醋酸等,由于本品组分较复杂,分离效果较差,经试验并参考有关文献<sup>[2]</sup>,选用本文所述流动相。

### 参考文献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典. 上海:上海人民出版社,1977. 4658
- 2 沙振方,孙文基. 天麻中天麻素及其甙元的 HPLC 法测定. 药物分析杂志,1985,5(4):218

(收稿:1998-03-10)