

## HPLC 法测定齐墩果酸胶囊中齐墩果酸的含量

池玉梅

(南京中医药大学 南京 210029)

于宏伟

(南京第三制药厂 南京 210008)

**摘要** 本文介绍了用 HPLC 法测定齐墩果酸胶囊中齐墩果酸含量的方法, 该方法简单方便, 重复性好。

**关键词** 齐墩果酸胶囊 齐墩果酸 HPLC

## 1 前言

齐墩果酸胶囊中齐墩果酸的含量测定生产上采用半微量的非水酸碱滴定法, 分析误差较大。本文研究了用 HPLC 法以甲醇-磷酸二氢钾为流动相体系测定墩果酸含量的方法, 15 分钟内可完成测定, 本法简单方便, 重复性好。

## 2. 实验部分

## 2.1 仪器

Shimadzu LC-10A 型 HPLC 色谱系统; CLASS-10A 色谱工作站; 色谱柱: Hypersil ODS2 (4.6 × 200mm, 5 $\mu$ m)。

## 2.2 试剂

甲醇: 色谱纯; 磷酸二氢钾: 分析纯; 水: 重蒸水; 对照品齐墩果酸: 中国药品生物制品检定所, 经 HPLC 检测其含量大于 99.5%; 齐墩果酸胶囊: 南京第三制药厂生产 (批号: 920704, 920705, 950611)。

## 2.3 色谱条件

流动相: 甲醇-1% 磷酸二氢钾 (85:15); 流

速: 1.1mL/min; 检测波长: 208nm; 柱温: 30 $^{\circ}$ C; ATTE: 6。

## 2.4 对照品溶液的测定

精密称取对照品齐墩果酸 2.6mg 加流动相溶解并定容至 10ml, 得对照品溶液。精密吸取此溶液 0.5、2.5、5、7.5、10、12.5 $\mu$ l 分别进样各 3 次测定。

## 2.5 样品测定

精密称取齐墩果酸脑囊 10mg 于 10ml 容量瓶中, 加流动相定容, 超声 10 分钟溶解, 过 0.45 $\mu$ m 微孔滤膜后 10 $\mu$ l 进样测定。

## 3. 结果与讨论

## 3.1 色谱分离条件选择

在色谱条件建立过程中, 选择了甲醇-磷酸二氢钾为流动相体系, 并对磷酸二氢钾的用量进行了考察, 结果显示加入适量磷酸二氢钾可改善齐墩果酸的出峰时间和峰形。根据齐墩果酸的紫外吸收光谱, 本法选择了其最大吸收波长 208nm 作为检测波长。样品及对照品色谱图见图 1。

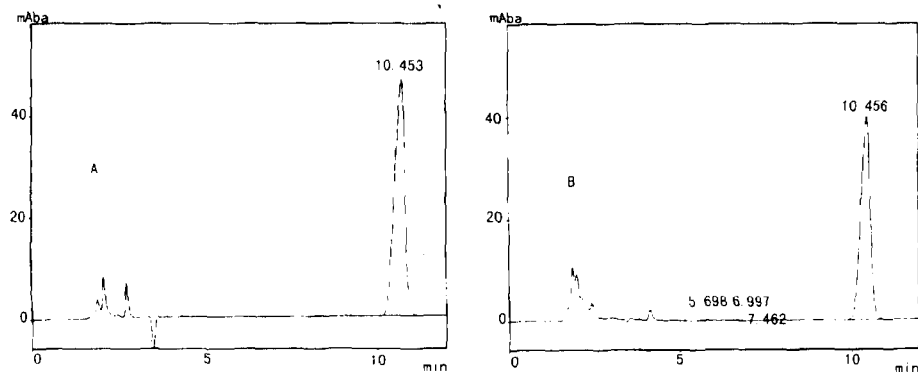


图 1 样品及对照品色谱图

A. 对照品 B. 样品

### 3.2 线性关系

将对照品浓度 C 与峰面积平均值 A 进行回归分析, 得齐墩果酸的线性回归方程为:  $A = 4.666 \times 10^5 C - 1.250 \times 10^4$ , 相关系数为 0.9999; 线性范围为  $0.1 \mu\text{g} \sim 3.0 \mu\text{g}$ 。

### 3.3 样品测定结果

以峰面积 A 代入回归方程计算含量, 与滴定法测定结果比较, 本法重复性好。三批样品测定结果见表 1。

表 1 齐墩果酸测定结果 (n=3)

批号	本法		滴定法	
	含量 mg/g	RSD%	含量 mg/g	RSD%
920704	133.5	0.54	128.2	3.26
920705	132.4	0.43	125.8	4.12
950611	136.0	0.67	131.1	3.52

### 3.4 回收率的测定

精密称取齐墩果酸胶囊内容物 9 份, 其中 3 份 10mg 作样品测定, 6 份 5mg 左右, 各加入浓度为  $0.524 \text{mg/ml}$  的对照品齐墩果酸溶液 1ml, 按样品测定项下进行操作, 计算得回收率和 RSD 分别为 99.67% 和 0.94%。

### 3.5 精密度、重复性、稳定性考察

以齐墩果酸浓度为  $0.131 \text{mg/ml}$  的对照品溶液连续 6 次进样  $10 \mu\text{l}$  考察精密度, 结果为  $\text{RSD} = 0.35\%$ 。对同一批号的样品平行分析 6 次考察重复性, 其 RSD 值分别为 0.88%, 对同一浓度的样品每隔一小时进样一次连续 6 次, 样品稳定, 其  $\text{RSD} = 0.47\%$ 。

### 3.6 结论

方法学考察结果表明, 本法简单方便, 重复性好, 准确度高。

## Determination acidi oleanolici of the capsulae acidi oleanolici by HPLC

Chi Yumei, Yu Hongwei

(Nanjing University of Traditional Chinese Medicine, Nanjing, 210029)

**Abstract** The acidi oleanolici of the capsulae acidi oleanolici was determined by HPLC. This method was accurate, rapid and reproducible.

**Key words** Capsulae acidi oleanolici acidi oleanolici HPLC.

## 用国产元件修复日立 834 积分仪电源故障一例

徐平

(贵州省理化测试分析研究中心 贵阳 550002)

我单位 80 年代进口的日立 834 积分仪是为日本岛津 163 型气相色谱仪所配用的积分记录仪。该仪器操作简便、直观。本文通过检修日立 834 积分仪的电源故障, 介绍采用国产元件替代进口元件的方法。

**故障现象:** 开机, 834 积分仪不工作, 不能打印、绘制色谱图。查出 8A 保险管烧断, 更换后又被烧断。这说明该仪器电源控制电路有问题。打开仪器盖板, 检查电源部分。经测量, 工作电压  $\pm 15\text{V}$ , 交流电源电压  $10\text{V}$ , 都正常, 却没有  $+5\text{V}$  电压输出。逐级检查, 发现 FS12C (双向可控硅) 损坏, 呈短路状态。这正是烧保险管, 造成没有  $5\text{V}$  电源电压输出的故障原因。

**用国产元件修复 834 积分仪 5V 电源:** 这原是一个日本产的元件, 型号为 FS12C, 找不到相同的元件更换, 也查不到该元件参数。根据电路分析和维修经验, 对双向可控硅的选择, 遵循耐压要大于电源电压 2 倍左右, 额定电流应大于负载的正常工作电流, 在不加热的前提下负载  $\leq$  额定电流  $2/3$  的原则。于是, 笔者采用了手中的国产元件 BCR6A (6A, 25V) 来代替。更换后开机, 仪器恢复正常。既保证了整台仪器的正常工作, 同时也节约了时间和费用。该方法简便、可行, 不妨一试。