

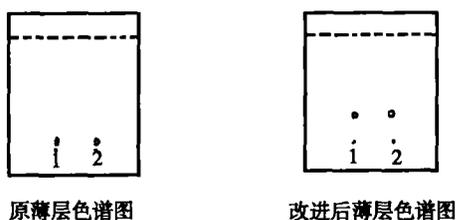
开,取出,晾干,置紫外灯(365nm)下检视:供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,置氨气中熏后,显相同的黄色斑点。

### 3 实验结果

在上述两种薄层条件下分别进行实验(温度、相对湿度一致),结果见下表:

药厂	生产批号	原方法中的比移值	改进后的比移值
山东环中制药厂	030105	0.08	0.29
泰安红旗制药厂	030417	0.07	0.28
菏泽健民中药厂	030225	0.08	0.29
鲁银颐和药业	030212	0.09	0.30
鲁润华济人堂	021113	0.08	0.28

增加了比移值,斑点清晰,易于判断。



原薄层色谱图

改进后薄层色谱图

薄层色谱图样品

1. 供试品溶液 2. 对照品溶液

### 4 讨论

由于绿原酸结构式为 3-咖啡酰奎宁酸(其结构为 OC1=CC=C(C=C1)C(=O)O[C@@H]2[C@H](O)[C@@H](O)[C@H](O)C2=O),具有一定的极性。分离

极性物质,以硅胶作为吸附剂时,吸附越牢,比移值越小。原方法中,绿原酸的比移值很小( $<0.1$ ),影响结果的判断。根据“相似相溶”原理,新方法增加了极性溶剂的比例量,将原展开剂中)醋酸乙酯-甲醇水(10:2:3)改为醋酸乙酯-甲醇-水(10:4:6),增加了展开剂的极性。同时,先用氨气熏后,置紫外灯下检视效果要比先置紫外灯下检视,后置氨气中熏的效果好,因氨熏后,可排除其它成分的干扰。

笔者曾对上述几个厂家的产品共计 20 余批,按步骤 2、3 严格操作,结果均一致,可见改进后的方法有效,重现性好,结果容易判断。

### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药品标准中药成方制剂第十六册(保护品种分册一)[S].1998,107.
- [2] 中国药典.2000 年版,一部[S]:2000.
- [3] 徐本明.现代薄层色谱法技术指南[M].1997.10.

收稿日期:2003-10-28

## 格列齐特中亚硝酸盐的电化学测定法

陈龙珠, 向智敏, 贾 飞(浙江省药品检验所, 浙江 杭州 310004)

**摘要** 目的:建立用高效液相-电化学(ECD)检测法测定格列齐特中亚硝酸盐( $\text{NO}_2^-$ )的残留量。方法:阳离子色谱柱,以醋酸盐缓冲液(pH 为 4.3)为流动相,流速 1.0mL/min。结果:线性范围 0.04~0.8 $\mu\text{g}$ , $r=0.9995$ ,重复性试验  $RSD=1.4\%$ ( $n=5$ )。回收率为 99.2%, $RSD=1.7\%$ ( $n=9$ )。结论:方法灵敏,简便,结果准确。

**关键词** 高效液相-电化学测定法;格列奇特;亚硝酸盐

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2003)06-0361-02

随着生活水平的提高,糖尿病人越来越多。格列奇特为一降糖药,正大量使用,但其制备工艺中可能存在的亚硝酸盐对人体有致癌作用,必要时需要进行控制。本文探索用 HPLC-ECD 检测法对  $\text{NO}_2^-$  进行测定,方法简便,灵敏,结果准确。

### 1 仪器与试剂

Agilent 1100 液相色谱仪,HP-1049A 电化学检测器(参比电极  $\text{Ag}/\text{AgCl}$ ,电压 0.8v,灵敏度 0.1 $\mu\text{A}$ )

格列奇特由九州制药有限公司提供,批号:

03040201,03040202,03040203

亚硝酸钠为分析纯试剂,水为重蒸馏水。

### 2 方法

**2.1 色谱条件** Hypersil-SAX 色谱柱(250 mm × 4.6  $\mu\text{m}$  5 $\mu$ );流动相:称取 13.61g 醋酸钠,加水 1 000mL 使溶解,用磷酸调节 pH 至 4.3;流速 1.0mL/min。

**2.2 测定方法**

**2.3 溶液配制** 对照溶液(a):精密称取亚硝酸钠 60.0mg,加水溶解并定量稀释至 1 000mL。

对照溶液(b):精密量取对照溶液(a)1.0mL加水稀释至50.0mL。

对照溶液(c):精密量取对照溶液(b)5.0mL加水稀释至10.0mL,每1mL相当于0.4 $\mu\text{g}$ 的 $\text{NO}_2^-$ 。

样品溶液配制:精密称取样品0.20g,加水适量超声30分钟,放冷,加水稀释至10.0mL,滤过,取续滤液注入色谱仪,记录色谱图。

### 3 结果

**3.1 方法的线性关系** 分别量取对照溶液(b)适量,加水制成0.04 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,0.08 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,0.12 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,0.16 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,0.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,0.40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和0.80 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液,测定,结果在0.04~0.80 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内峰面积与浓度呈线性关系,回归方程: $Y=5.9927C-0.1243$   $r=0.9995$ 。

**3.2 加样回收率试验** 对照溶液配制:同对照溶液(c)。

分别精密量取对照溶液(b)1.6mL、1.8mL和2.0mL各三份,置10mL量瓶中,分别加入样品0.20g,加水适量超声振摇30分钟,加水稀释至刻度,滤过,取续滤液测定,平均回收率为99.21%, $RSD=1.7\%$  ( $n=9$ )。

次数	1	2	3	4	5	平均	$RSD(\%)$
$\text{NO}_2^-$ 峰面积	54.689	55.201	56.793	55.707	55.625	55.603	1.40

**3.3 重复性试验** 取对照溶液(c)进行测定,连续进样5次,记录峰面积,计算 $RSD$ 。

**3.4 精密度试验** 取本品一批(批号:03040201),测得精密度 $RSD=5.65\%$ 。

**3.5 最低检出限** 最低检出浓度为0.04 $\mu\text{g}/\text{mL}$ , $S/N=4.8$

**3.6 样品测定** 取样品溶液和对照溶液(c)分别进样分析,计算样品中检测出的 $\text{NO}_2^-$ 残留的量。

样品测定结果

批号	含量(ppm)
03010201	5.81
03040202	2.84
03040903	4.32

### 4 讨论

**4.1** 本法为微量检查,溶液中高浓度的样品和其他大分子物质对电极有钝化作用,测定时应保持电极的灵敏。

**4.2** 样品溶液经固相萃取,除去格列奇特和其他大分子物质,更有利于测定。

**4.3** 流动相的pH对峰形的影响,用pH值为5的流动相测定,结果 $\text{NO}_2^-$ 峰有拖尾,用pH值3~5的流动相测定,结果 $\text{NO}_2^-$ 峰前移,影响分离效果。

收稿日期:2003-10-28

## 女宝胶囊的薄层鉴别方法探讨

魏春芬, 陈金泉, 巴小翠, 王玲华(东营市药品检验所, 山东 东营 257091)

**摘要** 目的:建立女宝胶囊的TLC鉴别方法,保证其临床应用安全有效。方法:用TLC法鉴别女宝胶囊中的红花、当归、川芎、白芍、陈皮。结果:TLC色谱中均能明显地检出红花、当归、川芎、白芍、陈皮。薄层色谱斑点清晰,专属性强,阴性对照无干扰。结论:该法简便可行,重现性好,为女宝胶囊质量控制提供了方法。

**关键词** 女宝胶囊;薄层鉴别;定性分析

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)06-0362-03

## The research of TLC indentification method of Nubao capsules

WEI Chun-fen, CHEN Jin-quan, BA Xiao-cui, WANG Ling-hua(Dongying Institution for Drug Control, Dongying 257091, China)

**ABSTRACT OBJECTIVES:**To establish the TLC method of Nubao capsules, and ensure the safety and effect of clinical application. **METHODS:** *Flos Carthami*, *Radix Angelicae Sinensis*, *Rhizoma Chuanxiong*, *Radix Paeoniae Alba*, *Pericarpium Citri Reticulatae* were identified by TLC. **RESULTS:** *Flos Carthami*, *Radix Angelicae Sinensis*, *Rhizoma Chaunxiong*, *Radix Paeoniae Alba*, *Pericarpium Citri Reticulatae* could be detected by TLC. This method was strong specificity and the blank test showed no interference. **CONCLUSION:**The methods are simple, sensitive and accurate with good reproducibility. The methods may be used for quality control of Nubao capsules.