药物分析辅导:黄连上清丸含量测定方法 PDF转换可能丢失 图片或格式,建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E8_8D_AF_E 7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18669.htm 黄连上清丸处方为:黄 连10g, 栀子(姜制)80g,连翘80g,蔓荆子(炒)80g,防 风40g,荆芥穗80g,白芷80g,黄芩80g,菊花150g,薄荷40g ,大黄(酒炙)320g,黄柏(酒炒)40g,桔梗80g,川穹40g , 石膏40g, 旋覆花20g, 甘草40g。 2005《中国药典》黄连上 清丸含量测定项下: 色谱条件与系统适用性试验:以十八烷 基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.003mol/L磷酸二氢钾溶 液(35:65)为流动相;检测波长为424nm。理论板数按盐酸 小檗碱峰计算应不低于4000。 供试品溶液的制备: 取本品水 丸或水蜜丸,研碎,取0.6g,精密称定;或取重量差异项下的 大蜜丸,剪碎,取1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加 入盐酸-甲醇(1:100)混合溶液10ml,密塞,称定重量, 置50 水浴中加热15分钟,取出,放冷,超声处理(功 率250W,频率33kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用甲醇 补足减失的重量,摇匀,离心,滤过,精密量取上清液2ml, 低温挥干,残渣用甲醇适量使溶解并转移至碱性氧化铝柱色 谱(100~200目,8g,内径1cm,干法装柱)上,用甲醇35ml 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇适量使溶解并转移 至2ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得 。以栀子甙、黄芩甙等为指标的:李丽等用HPLC法测定黄 连上清丸中栀子甙的含量。仪器:岛津LC-6A高效液相色谱 仪;色谱柱为Spherisorb C18 柱(4.6×300mm,5μm);流动相: 甲醇-乙腈-0.1%磷酸水溶液(25:5:70),流速0.5ml/min,纸

速1mm/min,柱温30°C,检测波长240nm。样品用水超声处理后,用大孔树脂纯化。曹玮等HPLC法测定中药黄连上清丸中黄芩甙含量。流动相:甲醇-0.05M醋酸铵(40:60)PH=3;Shimpack-CLC-DDS柱(150mm×6mm);检测波长275nm;流速1ml/min。样品用45%甲醇超声处理。姚仲青用HPLC法同时测定黄连上清丸中大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的含量。仪器:岛津LC-6A高效液相色谱仪;色谱柱Spherisorb C18柱(4.6mm×300mm)。流动相:乙腈-0.1%磷酸水溶液(90:10),流速0.6mL/min,检测波长254nm,柱温45。样品用氯仿浸提。姜红等RP-HPLC法测定黄连上清丸中黄芩苷的含量。仪器:SP-1000高效液相色谱仪。色谱柱:ODS(4.6mm×200mm);流动相:甲醇-水-冰醋酸(40:60:1);流速1.0ml/min;柱温30。样品用50%甲醇超声处理。100Test下载频道开通,各类考试题目直接下载。详细请访问www.100test.com