

HPLC 法测定浓缩养荣丸中芍药苷的含量

陈波¹, 温吉辉², 张国峰²

(1.大连市第四人民医院, 辽宁大连 116031; 2.沈阳东宇药业有限公司, 辽宁沈阳 110036)

[摘要] 目的: 建立 HPLC 法测定浓缩养荣丸中芍药苷含量的方法。方法: 采用 Diamonsil-C₁₈ 色谱柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-0.2%冰醋酸(30:70), 流速为 1.0 ml/min, 检测波长为 230 nm。结果: 芍药苷浓度在 0.041 6~0.208 0 mg/ml 范围内线性关系良好($r=0.999\ 7$), 平均回收率为 98.19%, RSD 为 0.97%。结论: 本方法分离效果好, 简便、快速、准确, 可用于该药品的质量控制。

[关键词] 高效液相色谱法; 浓缩养荣丸; 芍药苷; 含量测定; 质量控制

[中图分类号] R927.2

[文献标识码] B

[文章编号] 1673-7210(2009)03(c)-046-02

Determination of paeoniflorin in Nongsuo Yangrong Pills by HPLC

CHEN Bo¹, WEN Jihui², ZHANG Guofeng²

(1.The Fourth People's Hospital of Dalian, Dalian 116031, China; 2.Shenyang Dongyu Medicine Limited Company, Shenyang 110036, China)

[Abstract] Objective: To establish a HPLC method for the determination of paeoniflorin in Nongsuo Yangrong Pills.

Methods: The content of paeoniflorin in Nongsuo Yangrong Pills was determined on Diamonsil-C₁₈(200 mm×4.6 mm, 5 μm) column with a mobile phase consisted of acetonitrile-0.2% glacial acetic acid(30:70) at the flow rate of 1.0 ml/min, the detection wavelength was set at 230 nm. **Results:** The linear range of paeoniflorin was 0.041 6-0.208 0 mg/ml($r=0.999\ 7$), the average recovery was 98.19% with RSD of 0.97%. **Conclusion:** This method has well separation effect, and it is simple, accurate and suitable for the quality control of this medicine.

[Key words] HPLC; Nongsuo Yangrong Pills; Paeoniflorin; Content determination; Quality control

浓缩养荣丸为部颁中药品种^[1],是由党参、白芍、黄芪、白术、甘草、茯苓等十四味中药组成的复方制剂,但原质量标准中没有鉴别、含量测定等项目,难以有效控制产品质量,有待进一步完善。本文采用高效液相色谱法对浓缩养荣丸中白芍的有效成分芍药苷进行含量测定,经方法学考察,其重现性、精密度、回收率、稳定性试验等结果良好,可用于该品种的质量控制。

1 仪器与试药

1.1 仪器

岛津-10ATvp 高效液相色谱仪;浙江大学 N2000 色谱工作站;Diamonsil-C₁₈ 色谱柱(北京迪马公司)。

1.2 试药

浓缩养荣丸(兰州佛慈制药股份有限公司,批号060501、060502、060503、060601、060602、060603、060701、060702、060703、060801);芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号0736-200518);甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为 Diamonsil-C₁₈(200 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为甲醇-0.2%冰醋酸(30:70);流速为 1.0 ml/min;检测波长为 230 nm;进样量为 10 μl;柱温为 20℃。理论板数按芍药苷峰计算应不低于 3 000。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取经五氧化二磷减压干燥

24 h 的芍药苷对照品,加流动相制成每毫升含 0.52 mg 芍药苷的溶液,摇匀,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品,打碎,研成细粉,取 1.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50%甲醇 20 ml,密塞,称定重量,超声处理 30 min,放冷,用 50%甲醇补足减失的重量,摇匀,静置,取上清液用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。

2.2.3 阴性对照溶液的制备 按处方量称取除白芍外的药材和辅料,制成空白制剂,按供试品溶液制备方法制备。

2.3 阴性干扰试验

在“2.1 色谱条件”下,取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 10 μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,见图1。结果表明在此条件下,芍药苷峰形对称,浓缩养荣丸中其他组分不干扰芍药苷的测定。

2.4 线性关系考察

精密量取芍药苷对照品溶液(0.52 mg/ml)0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 ml,分别置 5 ml 容量瓶中,加流动相至刻度,摇匀,分别精密吸取 10 μl 注入液相色谱仪中,以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,其回归方程为 $Y=1.209 \times 10^7 X + 15\ 431$, $r=0.999\ 7$ 。结果表明,芍药苷在 0.041 6~0.208 0 mg/ml 浓度范围内线性关系良好。

2.5 精密度试验

取供试品溶液 10 μl 注入液相色谱仪,测定峰面积,连

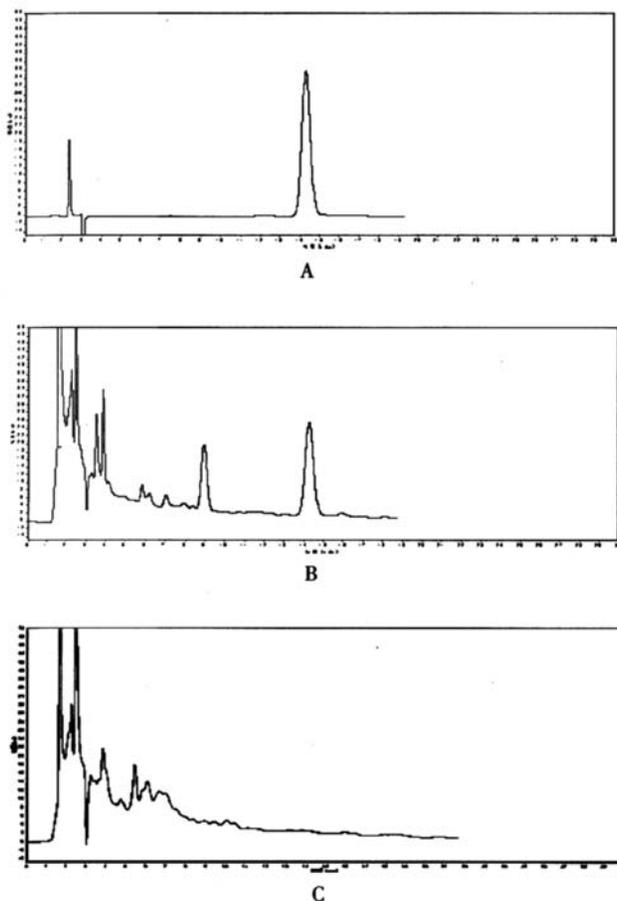


图1 HPLC 色谱图

(A:芍药苷对照品溶液;B:浓缩养荣丸供试品溶液;C:阴性对照品溶液)

续进样6次,结果RSD为0.41%,表明精密度良好。

2.6 稳定性试验

取供试品溶液10 μl,分别于0、2、4、6、8 h,注入液相色谱仪,测定峰面积,结果RSD为0.62%,表明供试液在8 h内稳定。

2.7 重现性试验

取同一批号(060801)的浓缩养荣丸样品5份,按“2.2.2”供试品溶液制备方法制得5份供试溶液,按“2.1 色谱条件”测定芍药苷含量,计算得RSD值为0.75%,结果表明重现性良好。

2.8 回收率试验

取已知含量的浓缩养荣丸样品约0.5 g,精密称定,共5份,分别精密加入一定量芍药苷对照品,按“2.2.2”项下制备供试品溶液,依法测定,计算加样回收率,结果见表1。

2.9 样品测定

取不同批号浓缩养荣丸样品,按“2.2.2”项下制备供试品溶液,分别吸取对照品溶液和供试品溶液,按“2.1 色谱条件”项下进样,用外标法计算浓缩养荣丸中芍药苷的含量,结果见表2。

3 讨论

3.1 指标成分的选择

浓缩养荣丸处方中含有党参、白芍、黄芪、白术、甘草等

表1 芍药苷加样回收率试验结果

序号	样品芍药苷含量(mg)	加入对照品量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	1.007 1	1.04	2.020 73	97.96	98.19	0.97
2	0.991 6	1.04	2.026 10	99.47		
3	1.003 3	1.04	2.024 60	98.20		
4	1.008 3	1.04	2.015 30	96.82		
5	0.995 2	1.04	2.019 30	98.47		
6	1.001 1	1.04	2.021 21	98.18		

表2 样品中芍药苷含量测定结果

批号	含量(mg/g)
060501	1.983
060502	2.068
060503	2.010
060601	1.959
060602	1.974
060603	2.083
060701	2.165
060702	1.886
060703	2.128
060801	1.980

十几味药材。本实验根据有关文献^[2-4],对组中有效成分比较明确的当归中的阿魏酸、甘草中的甘草酸及白芍中的芍药苷等分别进行了含量测定研究,但由于该处方中组分较多、成分比较复杂,干扰有效成分的含量测定,除芍药苷含量测定结果比较理想外,其他成分无法完成含量测定,因此最终选择了白芍中的有效成分芍药苷作为含量测定指标。

3.2 提取溶媒和提取方式的选择

本实验曾采用不同浓度的乙醇、甲醇为溶剂,分别进行超声及水浴回流的提取方法,测定同批样品,并对提取时间进行了考查。结果发现,采用50%甲醇为溶剂、超声提取30 min时,芍药苷提取较完全,而且处理方法简单、操作简便。

3.3 芍药苷含量限度

根据多批市售的浓缩养荣丸中芍药苷含量的测定结果,结合《中国药典》一部白芍项下芍药苷的含量限度^[5],建议浓缩养荣丸中芍药苷的含量限度应不低于1.5 mg/g。

[参考文献]

- 卫生部.药品标准:中药成方制剂[S].二册.1990:187.
- 刘永利,李冬梅,袁洁,等.高效液相色谱法测定妇科调经片中阿魏酸含量[J].中国现代应用药学,2006,23(5):390-392.
- 许杨彪,黄小欧.高效液相色谱法测定健胃茶中甘草酸含量[J].中国药房,2006,17(6):462-463.
- 吕福奎,田卫波,王淑君,等.HPLC法测定根痛平胶囊中芍药苷含量[J].中国现代中药,2007,9(2):14-15.
- 国家药典委员会.中国药典[S].一部.北京:化学工业出版社,2005:69.

(收稿日期:2008-11-10)