

高效液相色谱法测定复方救必应胶囊中紫丁香苷含量

孙维广¹ 符素平¹ 俞脉文² 程 怡²

(1. 广州星群<药业>股份有限公司, 广东 广州 510288; 2. 广州中医药大学, 广东 广州 510405)

摘要:目的 建立复方救必应胶囊中紫丁香苷的含量测定方法。方法 采用高效液相色谱法(HPLC法), 色谱柱为 Diamonsil (钻石) C₁₈ 柱, 乙腈-水(15:85)为流动相, 检测波长 265 nm, 流速 1 mL/min, 柱温 30℃。结果 紫丁香苷质量浓度线性范围是 0.048 8~1.22 mg/mL, r = 0.999 9, 平均回收率为 100.71%, RSD 为 1.66% (n = 5)。结论 HPLC 法简便、准确, 可用于复方救必应胶囊的质量控制。

关键词: 复方救必应胶囊; 紫丁香苷; 高效液相色谱法

中图分类号 R284.1 R286.0

文献标识码 A

文章编号 1006-4931(2007)11-0022-01

复方救必应胶囊收载于 1995 年版《卫生部药品标准·中药成方制剂(第十册)》, 由救必应、东风桔、香附 3 味药材组成, 具有清热解毒、利湿止痛的功效, 用于治疗腹泻、肠胃炎等病症。原标准中缺少含量测定项, 为更好控制其质量, 笔者采用高效液相色谱法(HPLC法)测定主药救必应中有效成分紫丁香苷的含量, 现报道如下。

1 仪器与试剂

戴安高效液相色谱仪(PDA-100 二极管阵列检测器, ASI-100 自动进样器, P680A 四元泵, 变色龙色谱软件, Autoscience AXW-5 柱温箱)等。紫丁香苷对照品(批号为 111574-200201, 供含量测定用, 中国药品生物制品检定所); 复方救必应胶囊(广州星群<药业>股份有限公司, 批号为 BG40001, BG40002, BG40003)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适应性试验

色谱柱: Diamonsil (钻石) C₁₈ 柱 (50 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(15:85); 柱温: 30℃; 检测波长: 265 nm; 流速: 1.0 mL/min。理论塔板数按紫丁香苷计算应不低于 3 000。

2.2 溶液制备

精密称取紫丁香苷对照品 6.4 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 即得对照品溶液。取装量差异项下本品内容物, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加水至刻度, 超声处理 30 min (功率 300 W, 频率 50 kHz), 放冷, 加水至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得供试品溶液。取阴性对照样品, 按供试品溶液的制备方法制备, 得阴性对照品溶液。

2.3 方法学考察

阴性干扰试验: 分别吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照品溶液各 10 μL, 按拟定的色谱条件进样并记录色谱图。结果显示, 阴性对照品溶液对测定结果无干扰(图 1)。

线性关系考察: 精密称取干燥至恒重的紫丁香苷对照品适量, 加水稀释成质量浓度为 0.048 8, 0.097 6, 0.244, 0.488, 0.976, 1.22 mg/mL 的溶液, 依法测得紫丁香苷峰面积。以峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标绘制标准曲线, 曲线方程为 $Y = 391.37X + 1.0472$, $r = 0.999 8$ (n = 6)。结果表明, 紫丁香苷对照品质量浓度在 0.048 8~1.22 mg/mL 范围内与峰面积呈良好线性关系。

精密密度试验: 取紫丁香苷对照品溶液, 依法测定, 进样量 10 μL, 连续测

定 6 次。结果紫丁香苷峰面积分别为 42.765 0, 43.716 1, 43.691 2, 43.685 7, 43.753 3, 43.588 5, RSD = 0.874%, 表明方法精密度良好。

重现性试验: 取同一批号的样品, 按供试品溶液制备方法, 平行操作 6 份, 依法测定。结果紫丁香苷峰面积分别为 21.377 6, 21.686 1, 21.711 3, 21.223 7, 21.646 9, 21.178 7, 21.530 7, 1.195 4, RSD = 1.20%, 表明方法重现性良好。

稳定性试验: 取同一供试品溶液, 于 11 h 内每隔 0, 2, 4, 6, 8, 11 h 进样检测, 依法测定。结果紫丁香苷峰面积分别为 55.116 6, 54.951 6, 53.484 7, 53.343 5, 53.230 3, 54.373 0, RSD = 1.556%, 表明供试品溶液在 11 h 内稳定性良好。

表 1 紫丁香苷加样回收试验结果 (n = 6)

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	\bar{X} (%)	RSD (%)
0.478 4	0.256	0.732 0	99.05	1.007 1	1.66
0.461 2	0.256	0.725 7	103.31		
0.485 7	0.256	0.746 9	102.03		
0.471 0	0.256	0.725 6	99.45		
0.466 5	0.256	0.721 6	99.65		
0.484 1	0.256	0.742 1	100.78		

结果见表 1。结果表明方法回收率良好。

2.4 样品含量测定

精密称取 3 批复方救必应胶囊样品, 按供试品溶液制备方法制备溶液, 进样量 10 μL, 依法测定, 结果批号为 BG40001, BG40002, BG40003 的样品中紫丁香苷含量分别为 8.935 4, 8.651 8, 8.054 0 mg/g。

3 讨论

3.1 救必应中紫丁香苷的含量测定曾有报道。林彤等^[1]在供试品溶液的制备时用聚酰胺柱处理。经试验发现, 复方救必应胶囊不用聚酰胺柱处理也能得到很好的分离效果。巫莹莹等^[2]用乙醇作为提取溶剂。本试验通过比较乙醇、甲醇、水的提取效果, 发现水为提取溶剂效果较好。

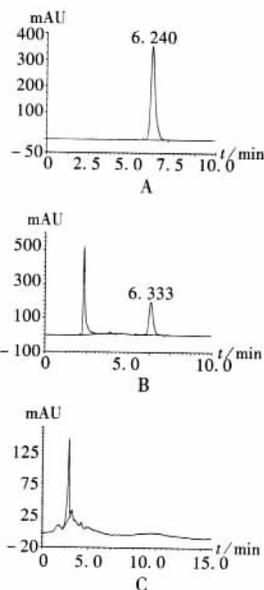
3.2 通过紫外光谱扫描, 发现紫丁香苷在 220 nm 和 265 nm 波长处均有较大光谱吸收, 其中 220 nm 波长处吸收较大, 但是色谱图中其他成分有干扰, 故本试验选择了 265 nm 为检测波长。

作者简介: 孙维广, 工程师, 博士研究生, (电话)020-84061161 (电子信箱)suntem@163.com。

参考文献:

- [1] 林彤, 梁广华. 高效液相色谱法测定救必应及其制剂中丁香苷的含量[J]. 中国中药杂志, 2000, 25(11): 671.
- [2] 巫莹莹, 黄少玲, 彭洁明. 高效液相色谱法测定复方救必应胶囊中丁香苷的含量[J]. 中药材, 2003, 26(10): 755.

(收稿日期 2007-04-13)



A. 对照品溶液
B. 供试品溶液
C. 阴性对照品溶液
图 1 高效液相色谱图