

# 高效液相色谱法测定龙胆泻肝汤颗粒中龙胆苦苷含量

许 仲<sup>1</sup>, 叶胜体<sup>1</sup>, 张 妥<sup>2</sup>

(1. 广东省阳江市药品检验所, 广东 阳江 529500; 2. 广东省阳江市中医医院, 广东 阳江 529500)

**摘要:** 目的 建立测定龙胆泻肝汤颗粒中龙胆苦苷含量的高效液相色谱法。方法 采用 Diamonsil C<sub>18</sub> 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 以甲醇-水(21:79)为流动相, 检测波长为 270 nm, 流速为 1.0 mL/min, 柱温为 40 °C。结果 龙胆苦苷进样量在 20.42 ~ 61.26 μg 范围内与峰面积有良好的线性关系( $r=0.9969$ ), 平均回收率为 98.17%, RSD 为 0.6% ( $n=6$ )。结论 该方法简便、准确、重复性好, 可用于龙胆泻肝汤颗粒制剂的质量控制。

**关键词:** 龙胆泻肝汤颗粒; 龙胆苦苷; 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(2012)08-0054-02

## Determination of Gentiopicroside Content in Longdanxiegan Granules by HPLC

Xu Zhong<sup>1</sup>, Ye Shengti<sup>1</sup>, Zhang Tuo<sup>2</sup>

(1. Yangjiang Municipal Institute for Drug Control, Yangjiang, Guangdong, China 529500;

2. Yangjiang Municipal Hospital of Chinese Medicine, Yangjiang, Guangdong, China 529500)

**Abstract:** **Objective** To establish a HPLC method for determining the gentiopicroside content in Longdanxiegan Granules. **Methods** The Diamonsil C<sub>18</sub> column(250 mm × 4.6 mm, 5 μm) was used with CH<sub>3</sub>OH-H<sub>2</sub>O(21:79) as the mobile phase. The UV detection wavelength was 270 nm at the flow rate of 1.0 mL/min and the column temperature was 40 °C. **Results** Gentiopicroside in the concentration range of 20.42 ~ 61.26 μg showed the good linear relationship( $r=0.9969$ ), the average recovery rate was 98.17%, RSD was 0.6% ( $n=6$ ). **Conclusion** This method is simple, accurate with good reproducibility and can be used for the quality control of Longdanxiegan Granules.

**Key words:** Longdanxiegan Granules; gentiopicroside; HPLC

龙胆泻肝汤颗粒是广东省阳江市中医医院自拟处方制成的中成药制剂,具有清热解毒、泻肝经实火、清利肝胆湿热的功效,主治头晕止赤、胁痛口苦、尿赤涩痛、湿热带下等诸症。其质量标准为阳江市中医医院自拟,但其中没有含量测定项。为确保药品质量,保证用药有效,笔者为其增加了龙胆苦苷的含量测定项,该方法灵敏度高、专属性强、重现性好、结果准确。现报道如下。

### 1 仪器与试剂

安捷伦 1200 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司); AB135-S 型电子分析天平(德国梅特勒公司)。龙胆苦苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号为 110770-200510);龙胆泻肝汤颗粒(广东省阳江市中医医院,批号分别为 20090608, 20090721, 20090824);甲醇(分析纯、色谱纯),水为超纯水。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件<sup>[1]</sup>

色谱柱为 Diamonsil C<sub>18</sub> 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相为甲醇-水(21:79);流速为 1.0 mL/min;柱温为 40 °C,检测波长为 270 nm;进样量为 10 μL。理论板数按龙胆苦苷峰计算大于 3500,分离度为 2.01。

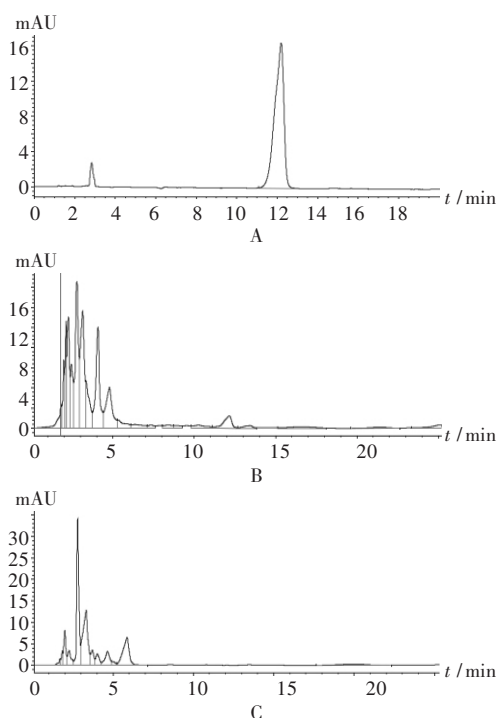
#### 2.2 溶液制备

取龙胆苦苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含 40 μg 的溶液,即得对照品溶液。取本品,研细,精密称定约 15 g,置具塞锥形瓶中,加入甲醇 25 mL,密塞,称定质量,超声处理(功率 250 W,频率 33 kHz) 20 min,冷却,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得供试品溶液。取不含龙胆苦苷的阴性样品适量,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。

#### 2.3 方法学考察

阴性干扰试验:分别取对照品溶液、供试品溶液和阴性对照品溶液,按上述色谱条件进样。结果见图 1,表明龙胆泻肝汤颗粒中其

他成分对龙胆苦苷的测定无干扰。



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

线性关系考察:精密称定龙胆苦苷对照品 10.12 mg,置 25 mL 棕色量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀;再精密量取上述溶液配制 20.42, 32.67, 40.84, 49.01, 61.26 μg/mL 的溶液。分别取上述溶液 10 μL 注入色谱仪,记录色谱图,以龙胆苦苷进样量(μg)为横坐标(X)、峰面积为纵坐标(Y)进行线性回归,得回归方程  $Y = 12.548X + 25.109$ ,  $r = 0.9969$  ( $n = 5$ )。结果表明,龙胆苦苷进样

# 不同厂家复方丹参片的有效成分含量考察

杨春智, 徐玉红, 李玉珍, 姚苑梅, 黄瑞英

(广东医学院附属福田医院, 广东 深圳 518033)

**摘要:**目的 考察复方丹参片有效成分含量的厂间一致性与批间稳定性。方法 采用高效液相色谱法测定 A、B、C 3 个厂家、不同批次复方丹参片有效成分丹参酮 II<sub>A</sub> 和丹酚酸 B 的含量, 分析含量变化情况。结果 3 个厂家共 18 个批次样品有效成分含量均符合中国药典规定。除 B 厂和 C 厂产品在丹参酮 II<sub>A</sub> 含量上存在明显差异外, 各厂产品之间在丹参酮 II<sub>A</sub> 和丹酚酸 B 含量上无明显不同。但有效成分含量随批次波动较大, 各厂家 6 批次样品中有效成分丹参酮 II<sub>A</sub>、丹酚酸 B 含量变异系数分别为 11.9% ~ 22.9% 和 13.8% ~ 26.5%。结论 受检厂家复方丹参片有效成分含量符合药典标准, 同一厂家生产的复方丹参片有效成分含量批间稳定性差。

**关键词:** 复方丹参片; 有效成分; 高效液相色谱法; 含量测定; 含量稳定性

中图分类号: R284.1; R286.0

文献标识码: A

文章编号: 1006-4931(2012)06-0055-03

## Investigation of the Active Ingredients Contents in Compound Danshen Tablets from Different Manufacturers

Yang Chunzhi, Xu Yuhong, Li Yuzhen, Yao Yuanmei, Huang Ruiying

(Affiliated Futian People's Hospital, Guangdong Medical College, Shenzhen, Guangdong, China 518033)

**Abstract: Objective** To investigate the content uniformity of major active ingredients in Compound Danshen Tablets between the different manufacturers and the content stability among various batches of Compound Danshen Tablets. **Methods** The high performance liquid chromatography (HPLC) method was established and used to determine the content of major active ingredients, salvianolic acid B and tanshinone II<sub>A</sub>, in different batches of Compound Danshen Tablets from three manufacturers. The variation of the content among manufacturers or batches from the same manufacturer was analyzed and compared. **Results** The content of major active ingredients of total 18 batches of Compound Danshen Tablets from three manufacturers all complied with the standard test scope of Compound Danshen Tablet in Chinese Pharmacopoeia (Part one, 2010). There was no significant difference in the contents of active ingredients in Compound Danshen Tablets between different manufacturers, except that significant difference was observed in the content of tanshinone II<sub>A</sub> between manufacturer B and C. But the content fluctuated greatly with batches. Among 6 batches of Compound Danshen Tablets from every manufacturer, RSD of the content of tanshinone II<sub>A</sub> and salvianolic acid B ranged 11.9% ~ 22.9% and 13.8% ~ 26.5%, respectively. **Conclusion** The content of major active ingredients of all tested Compound Danshen Tablets comply with the standard of Chinese Pharmacopoeia. But the stability of the content in Compound Danshen Tablets among batches from the same manufacturer is poor.

**Key words:** Compound Danshen Tablets; active ingredient; HPLC; content determination; content stability

量在 20.42 ~ 61.26  $\mu\text{g}$  范围内与峰面积线性关系良好。

精密密度试验: 精密吸取对照品溶液 10  $\mu\text{L}$  (质量浓度为 40.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ), 分别进样 5 次。结果龙胆苦苷峰面积平均值为 525.6, RSD 为 0.7% ( $n=5$ ) 表明该方法精密密度良好。

重复性试验: 取本品内容物 (批号为 20090608) 各 5 份, 分别精密称定, 依溶液制备方法制成 5 份供试品溶液, 进样 10  $\mu\text{L}$  测定。龙胆苦苷平均含量为 41  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , RSD 为 1.2% ( $n=5$ ), 表明该方法重复性良好。

稳定性试验: 取同一供试品溶液, 于开机 2 h 后的 0、2、4、6、8 h 分别进样 10  $\mu\text{L}$ , 测定峰面积。结果的 RSD 为 0.9% ( $n=5$ ), 表明供试品溶液在 8 h 内稳定性良好。

加样回收试验: 取同一批已知含量的样品 (批号为 20090608, 含龙胆苦苷 6.82 mg/100 g), 分别加入一定量的龙胆苦苷对照品, 按供试品溶液制备方法制备溶液, 按拟订的色谱条件测定, 计算回收率。结果见表 1。

### 2.4 样品含量测定

取 3 批样品, 按供试品溶液制备方法和色谱条件进行测定。结果批号为 20090608、20090721、20090824 的每 100 g 样品含龙胆苦苷分别为 6.82、6.86、6.22 mg, 平均为 6.63 mg。故拟订龙胆泻肝汤颗粒含龙胆以龙胆苦苷计, 每 100 g 不得少于 6.63 mg。

表 1 龙胆苦苷加样回收试验

样品含量 ( $\mu\text{g}$ )	加入量 ( $\mu\text{g}$ )	测得量 ( $\mu\text{g}$ )	回收率 (%)	$\bar{X}$ (%)	RSD (%)
0.184	0.611	0.785	98.36	98.17	0.6
0.184	0.611	0.785	97.87		
0.184	0.412	0.589	98.30		
0.184	0.412	0.589	97.33		
0.184	0.213	0.393	98.12		
0.184	0.213	0.393	99.06		

### 3 讨论

用不同比例的甲醇-水作流动相进行试验, 结果表明, 以甲醇-水 (21:79) 为流动相时龙胆苦苷的峰形好, 保留时间适中, 柱效高, 与其他干扰峰能很好地分离。总的来说, 该方法灵敏度高、专属性强、重现性好。

作者简介: 许仲 (1963-), 女, 大学本科, 主管药师, 主要从事药品检验工作, (电话) 0662-3220466 (电子信箱) Xuzhong@gd-da.gov.cn。

### 参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 (一部) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 17.

(收稿日期: 2010-12-06; 修回日期: 2011-08-11)