

愈带丸质量标准研究

刘燕, 郑笑为, 姚令文, 鲁静 (中国药品生物制品检定所, 北京 100050)

摘要 目的: 建立愈带丸中当归、木香、黄柏的薄层色谱方法及芍药苷的高效液相含量测定的方法。色谱柱为 Agilent C₁₈; 流动相为乙腈-0.1% 磷酸溶液梯度洗脱; 流速为 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长 230 nm; 柱温 25 °C, 芍药苷在 0.067 8~2.373 mg 范围内呈良好的线性关系, $r=1$, 平均回收率 100.14%, RSD 为 2.40% ($n=6$)。该方法操作简便, 重复性好, 结果准确可靠, 适用于该药的质量控制, 推荐收入 2010年版《中国药典》。

关键词: HPLC; 愈带丸; 芍药苷

中图分类号: 921.2 文献标识码: B 文章编号: 1009-3656(2010)-1-19-5

Study on Quality Standard of Yudai Pills

Li Yan, Zheng Xiaowei, Yao Linwen, Lu Jing (National Institute for Control of Pharmaceutical and Biological Products, Beijing 100050)

Abstract Objective To establish the quality standards of Yudai Pills. Radix Angelicae Sinensis, Radix Aucklandiae and Cortex Paeoniae were identified by TLC method, and paeonin was determined by HPLC method. Agilent C₁₈ column was used and the column temperature was 25 °C. The mobile phase consisted of acetonitrile-0.1% phosphoric acid aqueous solution using a gradient elution and the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. UV-detection was accomplished at 230 nm. The calibration curve of paeonin was linear ($r=1$) in the range of 0.067 8~2.373 mg, the mean recovery was 100.14% with RSD 2.40% ($n=6$). The result showed that the methods were simple, repeatable and accurate and suitable for quality control of Yudai Pills. The proposed standard was supposed to be adopted in Chinese Pharmacopoeia of 2010 Edition.

Key Words HPLC; Yudai Pills; Paeonin

愈带丸主要用于益气调经, 散寒止带。适用于气虚血亏、子宫湿寒引起的经血不调, 赤白带下, 凝滞腹痛, 腰腿酸软, 骨蒸潮热, 头晕耳鸣^[1]。为有效控制该品种的质量, 对芍药苷含量测定方法进行了试验研究, 同时增加当归、木香、黄柏的薄层鉴别方法。

1 薄层鉴别

1.1 当归和木香的鉴别 取本品粉末 10 g 加乙醚 20 mL, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙酸乙酯 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取当归、木香对照药材各 0.5 g 分别同法制成对照药材溶液。分别取除当归、木香药材阴性制剂按供试品制备方法, 制得阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2005年版一部附录 VIB)试验, 吸取上述五种溶液各 5 μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯(4:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与当归对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色

的荧光主斑点; 喷以 10% 香草醛硫酸溶液, 105 °C 加热至斑点显色清晰, 供试品色谱中, 在与木香对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。阴性对照色谱无干扰, 见图 1。

1.2 黄柏的鉴别

取本品粉末 3 g 加甲醇 5 mL, 加热回流 15 min 滤过, 滤液加甲醇至 5 mL, 作为供试品溶液。另取黄柏对照药材 0.1 g 同法制成对照药材溶液。取除黄柏药材阴性制剂, 按供试品制备方法, 制得阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2005年版一部附录 VIB)试验, 吸取上述四种溶液各 5 μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-水(6:3:2:1.5:0.3)为展开剂, 置氨蒸气预饱和的展开缸内展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。阴性对照色谱无干扰。见图 2。

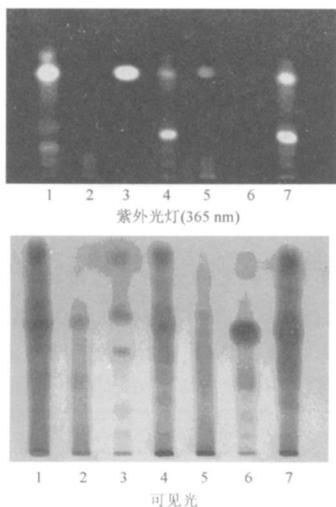


图 1 当归、木香的薄层鉴别

1. 样品 060302; 2. 缺当归阴性对照; 3. 当归对照药材; 4. 样品 050201; 5. 缺木香阴性对照; 6. 木香对照药材; 7. 样品 050317

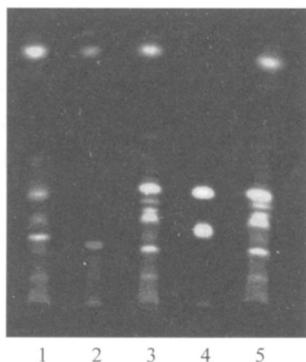


图 2 黄柏的薄层鉴别

1. 样品 060302; 2. 缺黄柏阴性对照; 3. 样品 050201; 4. 黄柏对照药材; 5. 样品 050317

2 含量测定

2.1 仪器与试药

Waters 2690 高效液相色谱仪; 芍药苷对照品 (中国药品生物制品检定所提供); 愈带丸 (厂家提供批号 050201、050317、060302); 乙腈为色谱纯; 水为高纯水; 其它溶剂为分析纯。

2.2 方法与结果

2.2.1 色谱条件 色谱柱: Agilent C₁₈柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: A 乙腈; B 0.1% 磷酸溶液梯度洗脱^[2-3]; 流速为 1.0 mL · min⁻¹, 按下表梯度洗脱。

检测波长为 230 nm, 柱温为 25 °C, 进样量 10 μL, 分离度应不低于 1.5, 理论板数按芍药苷峰计算应不低于 2 500。色谱图见图 3, 空白色谱图见图 4。

表 1 芍药苷梯度洗脱条件

时间 /min	流动相 A /%	流动相 B /%
0	12	88
35	12	88
36	70	30
45	70	30
46	12	88
70	12	88

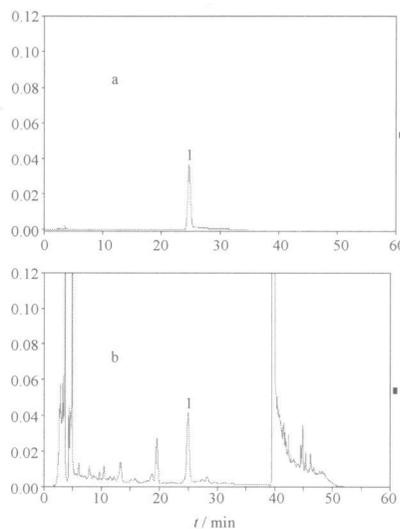


图 3 芍药苷对照品和愈带丸的 HPLC 图谱

a. 对照品; b. 样品; 1. 芍药苷

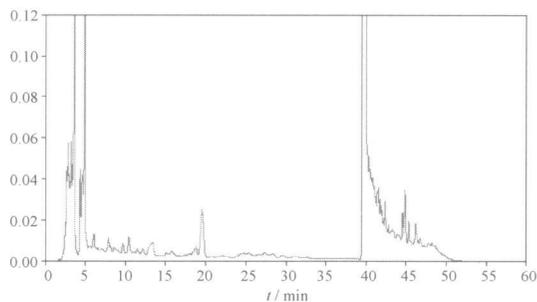


图 4 愈带丸空白 HPLC 图谱

2.2.2 对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量, 精密称定, 加稀乙醇制成每 1 mL 含 60 μg 的溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 1.5 g 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入稀乙醇 25 mL, 密塞, 称定重量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定重量, 用稀乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液用微孔滤膜 (0.45 μm) 滤过, 即得。

2.2.4 线性关系考察 取芍药苷对照品加稀乙醇制成每 1 mL 含 67.8 μg 的溶液为对照品溶液, 分别吸取 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 μL 进样测定, 并以峰面积值与对照品的量绘制标准曲线, 回归方程为: $y = 8$

$\times 10^{-7} X + 0.0191$, $r = 1$ 。结果表明芍药苷在 0.0678~2.373 mg 范围内呈良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验 取同一芍药苷对照品溶液 10 μ L 连续进样 6 次, 测定峰面积, 计算其 RSD 为 1.20%。

2.2.6 稳定性试验 取同一供试品溶液, 精密吸取 10 μ L 进样, 0 4 8 12 16 20 24 28 h 测得不同时间的峰面积, RSD 为 2.40%, 表明供试品溶液的稳

定性良好。

2.2.7 重复性试验 精密称取 050201 批样品 6 份, 同法制成供试品溶液, 测定。结果芍药苷的平均含量为 $1.8 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 为 1.04%。

2.2.8 回收率试验 取 050201 批已知含量为 $1.8 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 的样品 6 份, 约 0.75 g 分别精密称定, 再精密吸取浓度为 $0.93 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的芍药苷对照品溶液各 1 mL, 同法测定, 计算回收率。结果见表 2。

表 2 愈带丸回收率测定结果

取样量 /g	样品中含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%
0.745 0	1.341 0	0.93	2.251 7	97.92	
0.771 0	1.387 8	0.93	2.354 0	103.89	
0.733 0	1.319 4	0.93	2.230 9	98.01	100.14
0.739 0	1.330 2	0.93	2.280 9	102.23	RSD = 2.40
0.743 1	1.337 6	0.93	2.262 4	99.44	
0.755 0	1.359 0	0.93	2.283 1	99.37	

2.2.9 样品测定 取照含量测定项下方法制成的芍药苷对照品和愈带丸供试品溶液各 10 μ L 进样测定, 采用外标法计算, 测定结果见表 3。

表 3 芍药苷的测定结果

批号	芍药苷 / $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$	RSD /%
050201	1.8	1.41
050317	1.7	1.37
060302	1.3	1.55

3 讨论

3.1 提取方法的选择

3.1.1 提取溶剂的用量 分别以 20 25 30 mL 的稀乙醇超声提取, 结果表明 25 mL 即可提取完全。

3.1.2 提取时间的选择 分别考察 20 30 40 min 的提取时间, 结果表明 30 min 可以提取完全。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 卫生部药品标准. 中药成方制剂 [S]. 第十册, 1995: 196.
- [2] 黎轶. HPLC 法测定愈带丸中芍药苷的含量 [J]. 山东中医杂志, 2007, 1.
- [3] 孟敏, 孙立华, 李娜. HPLC 法测定愈带丸中芍药苷的含量 [J]. 齐鲁药事, 2007, 6.

液体药品粘度分类界定以及取样方案设计

白政忠¹, 周征², 姜连阁¹, 寻延滨¹, 张秋生¹ (1. 黑龙江省药品检验所, 哈尔滨 150001; 2. 白银市药品监督检验所, 白银 730900)

中图分类号: 921.2 文献标识码: A 文章编号: 1009-3656(2010)-1-21-5

Defination of the Classification of the Viscosity of Liquid Drugs and Sampling Program Design

Bai Zheng-zhong¹, Zhou Zheng², Jiang Lian-ge¹, Xun Yan-bin¹, Zhang Qiu-sheng¹ (1. Heilongjiang Institute for Drug Control, Harbin 150001; 2. Baiyin Institute for Drug Control, Baiyin 730900)

作者简介: 白政忠, 男, 主任药师。学科及研究方向: 药物分析、药物降解动力学。联系电话: 13603614942。

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.cnki.net>