

HPLC 测定八珍片中的芍药苷

李小华

(四川省遂宁市第一人民医院 , 四川 成都 629000)

摘要: 目的 采用 HPLC 法测定八珍片中芍药苷的含量。方法 采用 Shim-pack ODS 柱(250 mm×4.6 mm 5μm) , 流动相为甲醇-水(25 : 75) , 流速 1.0 mL•min⁻¹ , 检测波长 230 nm。结果 芍药苷 0.06 ~ 1.20 μg 与色谱峰面积呈线性关系($r = 0.9999$) , 平均加样回收率为 99.28% $RSD = 0.82\%$ ($n = 9$) 。结论 所用方法简便、快速、精密度和稳定性良好。

关键词: 芍药苷; 八珍片; 含量测定; 高效液相色谱法

中图分类号: R917

文献标志码: A

文章编号: 1006-0103(2011) 05-0496-02

Determination of paeoniflorin in Bazhen tablet by HPLC

LI Xiao-hua

(First People's Hospital , Suining City , Suining , Sichuan , 629000 P. R. China)

Abstract: OBJECTIVE To establish an HPLC method for determination of paeoniflorin in Bazhen tablet. **METHODS** A Shim-pack ODS (250 mm×4.6 mm 5 μm) column was used as the analytical column , the methanol-water (25 : 75) system was used as the mobile phase at the flow rate of 1.0 mL•min⁻¹ , and detection wavelength was 230 nm. **RESULTS** The standard curve was linear in the range of 0.06 - 1.20 μg($r = 0.9999$) . The average recovery was 99.28% with RSD of 0.82% ($n = 9$) . **CONCLUSION** The HPLC method is convenient , selective and accurate. It could be used for quality control for Bazhen tablet.

Key words: Paeoniflorin; Bazhen tablet; HPLC

CLC number: R917

Document code: A

Article ID: 1006-0103(2011) 05-0496-02

八珍片系由党参、白芍(炒) 、白术(炒) 、当归、熟地黄等八味中药组成 , 具有补气养血之功效^[1] 。临床上用于治疗气血两虚、面色萎黄、食欲不振、四肢乏力、月经过多等症。芍药苷为方中白芍所含的主要成分之一 , 现采用 HPLC 法测定八珍片中芍药苷的含量 , 方法操作简便、结果准确。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(日本岛津) 。芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所) ; 八珍片(四川志远嘉宝药业有限责任公司) 。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 Shim-pack ODS 柱(250 mm×4.6 mm 5 μm) ; 流动相为甲醇-水(25 : 75) ; 流速 1.0 mL•min⁻¹ ; 检测波长 230 nm , 进样 10 μL。

1.2.2 溶液的制备 取 20 mg 经五氧化二磷干燥至恒重的芍药苷对照品 , 加甲醇制成 60 μg•mL⁻¹ 的溶液; 再取供试品适量 , 研细 , 取约 1 g 细粉 , 精密称定 , 置具塞锥形瓶中 , 精密加入 50% 甲醇 25 mL , 密塞 , 称定重量 , 超声处理 30 min , 取出 , 放冷 , 用 50% 甲醇补足重量 , 摇匀 , 离心 , 取上清液作为供试品溶

液; 另取处方中除白芍以外的其余药材 , 同法提取并制成空白对照液。按“1.2.1 项”条件测定 , 芍药苷与其他组分均能良好分离(图 1) 。

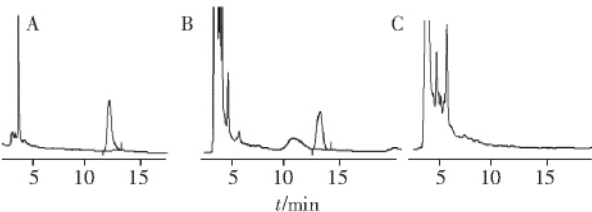


图 1 芍药苷(A) 、供试品(B) 及空白对照(C) 溶液的 HPLC 图
Fig 1 HPLC chromatograms of paeoniflorin glycosides solution (A) sample solution (B) and blank solution (C)

1.2.3 线性关系 取经五氧化二磷干燥至恒重的芍药苷对照品适量 , 精密称定 , 加甲醇溶解 , 配制成 0.6 mg•mL⁻¹ 的溶液 , 分别用 50% 甲醇稀释成不同浓度的测定溶液。取 6 个点分别测定 , 以芍药苷进样量(μg) 为横坐标、峰面积积分为纵坐标进行线性回归 , 得回归方程为: $Y = 3.041 \times 10^6 X + 272$ ($r = 0.9999$) , 表明芍药苷进样量 0.06 ~ 1.20 μg 与色谱峰面积有良好的线性关系。

1.2.4 精密度试验 精密吸取 10 μL 对照品溶液 , 重复进样 6 次 , 测定峰面积 , 其 $RSD = 0.02\%$ 。

1.2.5 重复性、稳定性和加样回收率 取同一批供

作者简介: 李小华 , 女 , 副主任药师 , 主要从事药事管理和药品检验工作。Email: 359256986@qq.com

试样 按“1. 2. 2”项制备供试品溶液并测定 ,计算其含量的 $RSD = 1.45\%$ ($n = 5$) 。取同一供试品溶液 ,分别在不同时间测定 ,供试品溶液在 8 h 内稳定。取已知芍药苷含量的供试样品 9 份 ,精密称定 ,分为 3 组 ,每组分别加入芍药苷对照品一定量 ,按前述方法处理并测定计算加样回收率(表 1) 。

表 1 加样回收率的测定 (mg)

Table 1 Recovery of paeoniflorin glycosides sample (mg)

Original	Added	Detected	$\bar{X}/\%$	$RSD/\%$
0.3448	0.2640	0.6057	99.28	0.82
0.3422	0.2640	0.6031		
0.3458	0.2640	0.6062		
0.3461	0.3300	0.6778		
0.3352	0.3300	0.6654		
0.3398	0.3300	0.6669		
0.3445	0.3960	0.7347		
0.3422	0.3960	0.7328		
0.3444	0.3960	0.7421		

1. 2. 6 样品的测定 取 10 批八珍片样品 ,按前述方法处理并测定 ,每批测定 2 次。每袋中芍药苷的平均含量分别为 1. 29、0. 96、0. 97、1. 08、0. 98、1. 02、1. 00、1. 12、1. 10、1. 12 mg。

2 讨论

曾对供试样品采用超声振荡法进行提取 ,方法简便 ,测得的芍药苷含量结果较稳定。考察了不同提取时间(20、30、45 min) 对芍药苷含量的影响 ,发现超声处理 30、45 min 测得的芍药苷含量最高 ,且结果近似 ,因此 ,在制备供试品溶液时采用 50% 甲醇超声处理 30 min。同一产地同一品种的白芍随贮藏时间的延长 ,芍药苷的含量呈下降趋势。白芍经炮制后 ,芍药苷含量显著降低 ,文中所测生白芍药材的含量符合药典规定 ,而炮制后的白芍(炒) 药材芍药苷的含量明显下降 ,与文献报道一致^[2]。参考试验中 10 批 20 个样品的芍药苷含量 ,含量限度初步拟定为每片芍药苷不得少于 0. 90 mg。

参考文献:

[1] 中华人民共和国药典委员会. 中国药典[S]. 北京: 化学工业出版社 2005: 68 – 69.

[2] 梁宏 ,王春芳. 高效液相色谱法测定八珍丸中芍药苷的含量[J]. 药物分析杂志 ,1999 ,19(1) : 44 – 46.

收稿日期:2011 – 02 – 10

HPLC 测定止嗽青果片中麻黄碱的含量

项贵贤

(邢台医学高等专科学校药剂教研室 ,河北 邢台 054000)

摘要: 目的 采用 HPLC 测定止嗽青果片的含量。方法 色谱柱用 C_{18} 柱(250 mm × 4. 6 mm 5 μ m) ,乙腈 – 0. 1% 磷酸溶液(5 : 95) 为流动相 ,流速 1. 0 mL • min⁻¹ 检测波长 210 nm。结果 盐酸麻黄碱在 10. 0 ~ 50. 0 μ g • mL⁻¹ 呈良好的线性关系($r = 0. 9999$) ,平均回收率为 98. 8% $RSD = 0. 65\%$ 。结论 所用方法简单 ,结果准确可靠。

关键词: 止嗽青果片; RP – HPLC; 盐酸麻黄碱

中图分类号:R917

文献标志码: A

文章编号:1006 – 0103(2011) 05 – 0497 – 02

Determination of ephedrine hydrochloride in Zhisou Qingguo tablets by RP – HPLC

XIANG Gui – xian

(Department of Pharmacy , Hebei Xingtai Medical College , Xingtai , Hebei , 054000 P. R. China)

Abstract: OBJECTIVE To establish an HPLC method for determination of the content of ephedrine hydrochloride in Zhisou Qingguo tablets. METHODS The RP – HPLC system consisted of a C_{18} column(250 mm × 4. 6 mm 5 μ m) a mobile phase consisted of acetonitrile – 0. 1% phosphoric acid solution(5 : 95) . The flow rate was 1. 0 mL • min⁻¹ , and the detection wavelength was 210nm. RESULTS The calibration curve of ephedrine hydrochloride was linear in the range of 10. 0 – 50. 0 μ g • mL⁻¹ ($r = 0. 9999$) . The average recovery was 98. 8% with RSD of 0. 65% . CONCLUSION The method is simple , accurate and suitable to control the quality of Zhisou Qingguo tablets.

Key words: Zhisou Qingguo tablets; RP – HPLC; Ephedrine hydrochloride

CLC number: R917

Document code: A

Article ID: 1006 – 0103(2011) 05 – 0497 – 02

作者简介:项贵贤(1967—) ,女 ,副教授 ,从事中成药的质量研究和教学工作。Email: 816601@ 163. com