

HPLC 同时测定红花逍遥片中芍药苷及甘草苷含量

傅勇¹,李旭²,虞金宝^{3*}

(1. 江西省吉安市中心人民医院药剂科,江西 吉安 343000;
2. 江西普正制药有限公司,江西 吉安 343000; 3. 江西省中医药研究院,南昌 330046)

〔摘要〕 目的:采用 HPLC 测定红花逍遥片中芍药苷及甘草苷含量。方法:Dikma Diamonsil C₁₈(2)柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm),流动相乙腈-0.1% 磷酸(15:85),流速 1.0 mL·min⁻¹,柱温 30 ℃,检测波长 230 nm。结果:制剂中芍药苷和甘草苷与其他组分的色谱峰均达到基线分离,加样回收率平均值分别为 100.33%,98.06%,RSD 分别为 2.51%,1.91%。结论:该方法快速、准确,可作为红花逍遥片质量控制。

〔关键词〕 红花逍遥片;芍药苷;甘草苷;HPLC

〔中图分类号〕 R284.1 〔文献标识码〕 B 〔文章编号〕 1005-9903(2012)24-0152-03

红花逍遥片由当归、白芍、白术、茯苓、红花、皂角刺、竹叶柴胡、薄荷、甘草组成。原标准中建立了制剂中芍药苷的含量测定方法,白芍与甘草为中医常用的药对,现代研究证明显示,甘草的解痉作用与白芍有协同作用,合用比两者单用显著增强。且《中国药典》2005,2010 年版所收录的白芍和甘草药材标准中均建立了其含量测定方法,为了更好地控制产品质量,对 HPLC 同时测定制剂中芍药苷和甘草苷含量的方法进行了研究,并进行了方法学研究。

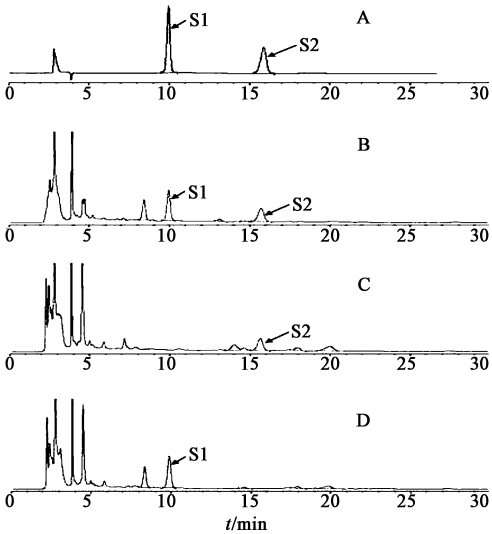
1 仪器与药品

1.1 仪器 德国 HP-1100 高效液相色谱仪(包括 1322A 在线脱气机、G1311A 四元梯度泵、G1315A 二极管阵列检测器、HP 化学工作站),AG-135 型电子天平(梅特勒-托利多),CQ-250 型超声波清洗器(上海船舶电子设备研究所),定量毛细管(美国 Drummond 公司),SimplicityTM 个人型超纯水系统(Millipore 公司)。

1.2 药品 芍药苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号 110736-200244),甘草苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号 111610-201005),乙腈(色谱纯),其他试剂均为分析纯。红花逍遥片(江西普正制药有限公司,批号 100501,100601,100901,101001,101101,101201,110101,110201,110301,110302)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件的选择 参照《中国药典》^[2]的条件,对红花逍遥片中芍药苷和甘草苷的色谱条件进行研究,结果确定了以下色谱条件:Dikma Diamonsil C₁₈(2)色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相乙腈-0.1% 磷酸(15:85),流速 1 mL·min⁻¹,检测波长 230 nm,柱温 30 ℃。在此条件下,芍药苷和甘草苷对照品及供试品分别在约 10,16 min 相同时间有一色谱峰,阴性制剂无干扰。



A. 对照品;B. 样品;C. 芍药阴性;D. 甘草阴性;
S1. 芍药苷对照品;S2. 甘草苷对照品

图 2 对照品、样品及阴性色谱

2.2 对照品溶液的制备 取在五氧化二磷减压干燥器中干燥 36 h 的芍药苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含 50 μg 的溶液,作为芍药苷对照品溶液。另取甘草苷对照品适量,精密称定,加甲

〔收稿日期〕 20120330(276)
〔第一作者〕 傅勇,主任药师,从事药品生产及质量检验,
Tel:13979656057
〔通讯作者〕 * 虞金宝,研究员,Tel:0791-88501404 , E-mail:
yjb2217 @ 163. com

醇制成每 1 mL 含 20 μg 的溶液,作为甘草苷对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 20 片,除去薄膜衣,精密称定,研细,取约 0.25 g,精密称定,置25 mL 量瓶中,加甲醇至近刻度,超声处理(功率 90 W,频率 59 kHz)30 min,放冷,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,作为供试品溶液。

2.4 线性关系的考察 精密称取在五氧化二磷减压干燥器中干燥 36 h 的芍药苷对照品 10.58 mg,置 25 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得(每 1 mL 含芍药苷 0.423 2 mg)。分别精密吸取适量,加甲醇稀释成 0.021 16,0.042 32,0.063 48,0.084 64,0.123 96,0.211 6 g·L⁻¹溶液。

另精密称取甘草苷对照品 6.60 mg,置 25 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得(每 1 mL 含甘草苷 0.264 mg)。分别精密吸取适量,加甲醇稀释成 0.132,0.052 8,0.026 4,0.013 2,0.010 56,0.005 28 g·L⁻¹溶液。分别吸取上述对照品溶液各 10 μL,注入液相色谱仪中,按上述色谱条件测定对照品峰面积,结果芍药苷对照品在 0.021 16 ~ 0.211 6 g·L⁻¹进样量与峰面积呈良好的线性关系,甘草苷对照品在 0.018 9 ~ 0.226 8 g·L⁻¹进样量与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取供试品溶液 10 μL,按上述色谱条件,重复进样 5 次,测定供试品溶液中芍药苷及甘草苷峰面积值的 RSD 分别为 1.38%,0.53%。

2.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 10 μL,按上述色谱条件,分别于 0,1,2,4,8,12 h,测定供试品溶液中芍药苷和甘草苷峰面积值,经测定 12 h 内供试品溶液中芍药苷及甘草苷峰面积值基本保持不变,RSD 分别为 2.54%,0.74%。

2.7 重复性试验 取本品适量,研细,称取约 0.25 g,共 6 份,精密称定,置 25 mL 量瓶中,照含量测定项下实验方法制成供试品溶液,按上述色谱条件进行测定,测定结果芍药苷及甘草苷的含量及 RSD 分别为 2.17 mg/片(1.96%),0.65 mg/片(2.11%)。

2.8 加样回收率试验 取本品适量,研细,称取约 0.15 g,共 6 份,精密称定,置 25 mL 量瓶中,各精密加入芍药苷对照品溶液(0.423 2 g·L⁻¹)2 mL 和甘草苷对照品溶液(0.264 g·L⁻¹)1 mL,按 2.3 项下供试品溶液的制备方法制备供试品溶液,并按 2.1 项下的色谱条件进行含量测定,计算回收率。结果见

表 1。

表 1 加样回收率试验测定

样品	样品 原有量 /mg	加入量 /mg	测出量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
芍药苷	0.834 9	0.846 4	1.711 8	103.60	100.33	2.51
	0.831 9		1.704 5	103.10		
	0.829 9		1.667 9	99.01		
	0.826 3		1.657 9	98.25		
	0.822 3		1.672 1	100.40		
	0.8393		1.665 7	97.64		
甘草苷	0.250 1	0.264	0.512 2	99.28	98.06	1.91
	0.249 2		0.500 5	95.19		
	0.248 6		0.506 4	97.65		
	0.247 5		0.511 9	100.15		
	0.246 3		0.508 5	99.32		
	0.251 4		0.506 8	96.74		

2.9 样品测定 取各批样品,按 2.3 项下供试品溶液的制备方法制备供试品溶液,并按 2.1 项下的色谱条件进行各批次样品含量测定,结果见表 2。

表 2 红花逍遥片中芍药苷、甘草苷含量测定 mg/片

批号	芍药苷	甘草苷
100501	1.72	0.55
100601	1.88	0.59
100901	2.09	0.63
101001	1.91	0.70
101101	1.96	0.68
101201	2.17	0.65
110101	1.65	0.68
110201	1.80	0.69
110301	1.73	0.70
110302	1.82	0.69

3 讨论

白芍与甘草在中药处方及制剂中经常联合使用。有文献[2-5]报道采用 HPLC 同时测定制剂中芍药苷与甘草苷的含量,且多采用双波长(芍药苷和甘草苷的检测波长通常分别为 230,276 nm)进行测定。由于甘草苷在 230 nm 处峰面积约为 276 nm 的 3 倍,如采用 230 nm 为检测波长可提高甘草苷的灵敏度,且操作更简便,因此,本文选用 230 nm 为检测波长同时检测芍药苷和甘草苷。

火焰原子吸收光谱法测定山药中微量元素含量

成娟,胡久梅*,李婧,李云龙,江南屏
(西南交通大学生命科学与工程学院,成都 610031)

[摘要] 目的:使用火焰原子吸收光谱法测定山药药材中微量元素含量。方法:利用浓硝酸-高氯酸(4:1)混合溶液进行样品消解,采用火焰原子吸收光谱法对 6 种不同来源的山药样品中 Mn、Fe、Cu、Zn、Mg 元素含量进行了测定。结果:山药药材中富含微量元素,其含量高低依次为 Mg>Fe>Cu>Zn>Mn。5 种元素含量测定方法的回收率在 95.50%~103.50%。结论:该方法灵敏、快速、稳定,可供山药微量元素含量测定。

[关键词] 山药;微量元素;火焰原子光谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)24-0154-03

Determination of Trace Elements Content in Dioscoreae Rhizoma
by Flame Atomic Absorption Spectrometric

CHENG Juan, HU Jiu-mei^{1*}, LI Jing, LI Yun-long, JIANG Nan-ping
(College of Life Science and Engineering, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China)

[Abstract] **Objective:** Use flame atomic absorption spectrometric method for the determination of trace elements content in Dioscoreae Rhizoma. **Method:** Six Dioscoreae Rhizoma samples of six different sources were purchased and the mixed solution of HNO₃ and HClO₄ (4:1) was used to digest the sample of Dioscoreae Rhizoma. The content of Mn, Fe, Cu, Zn, Mg, in the sample solution was determined by FAAS. **Result:** Dioscoreae Rhizoma medicinal materials contain trace elements, its content from high to low was Mg>Fe>Cu>Zn>Mn. The recovery rate of this method was 95.50%-103.50%. **Conclusion:** The method is sensitive, rapid, stable, and can be used for determination of trace elements in Dioscoreae Rhizoma.

[Key words] Dioscoreae Rhizoma; trace elements; flame atomic absorption spectrometric

[收稿日期] 20120507(332)

[第一作者] 成娟,在读硕士,从事药物生物技术研究,Tel:18208143127,E-mail:478481979@qq.com

[通讯作者] *胡久梅,副研究员,从事药物生物技术研究,Tel:13808054196,E-mail:biojy@home.swjtu.edu.cn

参考文献[2-3]及本制剂原标准中芍药苷的提取溶剂,分别对提取溶剂(甲醇、70%乙醇、16%乙腈)、超声时间(15,30,45,60 min)、溶剂用量(25,50,75 mL)分别进行了考察,结果以加 25 mL 甲醇超声提取 30 min 为优。

[3] 柏冬,范斌,牛晓红,等.多波长高效液相色谱法同时测定桂枝汤中 5 种有效成分的含量[J].药物分析杂志,2010,30(1):1.

[4] 付克,张坤,闫广利,等.HPLC 测定柴芩清肝方有效部位群提取物中黄芩苷、甘草苷和芍药苷[J].中医药信息,2011,28(4):12.

[5] 杨书良,王华,杨波.HPLC 法测定芍甘合剂中芍药苷及甘草苷含量[J].黑龙江医药,2008,21(6):2.

[6] 国家药典委员会.中华人民共和国药典.一部[S].北京:中国医药科技出版社,2010:96.

[参考文献]

[1] 李怀荆,郭忠兴,陈晓光,等.甘草、白芍及合用对在体兔肠管运动的影响[J].佳木斯医学院学报,1992,15(5):10.

[2] 张科卫,李伟,崔小兵,等.HPLC 法测定胃康灵胶囊中芍药苷和甘草苷[J].中草药,2006,37(12):1821.

[责任编辑 顾雪竹]