

# HPLC 测定女珍颗粒中特女贞苷的含量

商桂春\*, 袁大鹏, 刘海滨

(山东凤凰药物研究所, 山东 东营 257400)

**[摘要]** 目的: 建立女珍颗粒中特女贞苷的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法, 色谱柱为 Waters-C<sub>18</sub> 柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 以甲醇-水 (40:60) 为流动相, 流速 1 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 224 nm。结果: 特女贞苷在 0.306 25 ~ 0.918 75 μg 与峰面积呈良好的线性关系,  $Y = 4 \times 10^{-7}X - 1.51 \times 10^{-2}$  ( $r = 0.999$ ), 平均回收率为 98.00%, RSD 1.48%, 每 6 g 制剂含女贞子以特女贞苷 (C<sub>31</sub>H<sub>42</sub>O<sub>17</sub>) 计, 不得低于 15.0 mg。结论: 该方法简便、可靠、准确, 专属性强, 可用于该制剂的质量控制。

**[关键词]** 女珍颗粒; 特女贞苷; 高效液相色谱法; 质量标准

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)04-0153-03

## Determination of Specnuezhenide in Nuzhen Granules by HPLC

SHANG Gui-chun\*, YUAN Da-peng, LIU Hai-bin

(Institute of Pharmacology of Shandong Fenghuang Pharmacy Company, Dongying 257400, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish a method for determination of specnuezhenide in Nuzhen granules. **Method:** Samples were analyzed on a Waters-C<sub>18</sub> column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) using methanol-water (40:60) as mobile phase. Flow rate was 1.0 mL·min<sup>-1</sup> and examination wavelength was set at 224 nm. **Result:** Specnuezhenide showed a good linearity in the range of 0.306 25-0.918 75 μg, regression equation was  $Y = 4 \times 10^{-7}X - 1.51 \times 10^{-2}$  ( $r = 0.999$ ) and the average recovery was 98.00% (RSD 1.48%,  $n = 6$ ). **Conclusion:** The established methods are simple, accurate, reliable and can be used for the quality control of Nuzhen granules.

**[Key words]** Nuzhen granules; specnuezhenide; HPLC; quality standard

女珍颗粒是国家六类中药新药中药复方制剂, 由女贞子、墨旱莲、钩藤、紫草、酸枣仁等 10 味药组成, 具有滋肾宁心、平衡阴阳的功效, 用于治疗肝肾阴虚、心肝火旺等更年期综合征等病症。女珍颗粒中女贞子为其君药, 原质量标准中没有对其进行含量测定。为了提高制剂的质量标准, 更好的控制产品质量, 保证疗效, 本文采用高效液相色谱法对方药物中有效成分特女贞苷的含量进行了测定。

### 1 材料

**1.1 仪器** 高效液相色谱仪 (岛津 LC-10Avp, SPD-10AVP 紫外检测器, 大连江申 N2000 色谱工作站),

Precisa:92SM-202A-DR 型 1/10 万电子天平, KQ-250B 型超声波清洗机 (250 W, 40 kHz, 昆山市超声仪器有限公司), 甲醇为色谱纯, 水为双蒸水, 其余试剂为分析纯。

**1.2 药品** 女珍颗粒 (山东凤凰制药股份有限公司, 批号 0908005, 1008016, 1011020, 1104005, 1104006, 1104007, 1105016), 特女贞苷对照品 (上海士丹德有限公司, 批号 39011-92-2, 纯度 ≥ 98.0%)。

### 2 方法

**2.1 色谱条件** Waters-C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 以甲醇-水 (40:60) 为流动相, 检测波长 224 nm, 流速 1 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 30 °C。理论板数按特女贞苷峰计算不低于 5 000。

#### 2.2 溶液的制备

**2.2.1 对照品溶液的制备** 取特女贞苷对照品适量, 精密称定, 用 50% 甲醇制成每 1 mL 含 240 μg 的

**[收稿日期]** 20120220 (184)

**[通讯作者]** \* 商桂春, 工程师, 从事中药新制剂研发与管理, Tel: 13954611288, E-mail: shangguichun66 @ 126.com

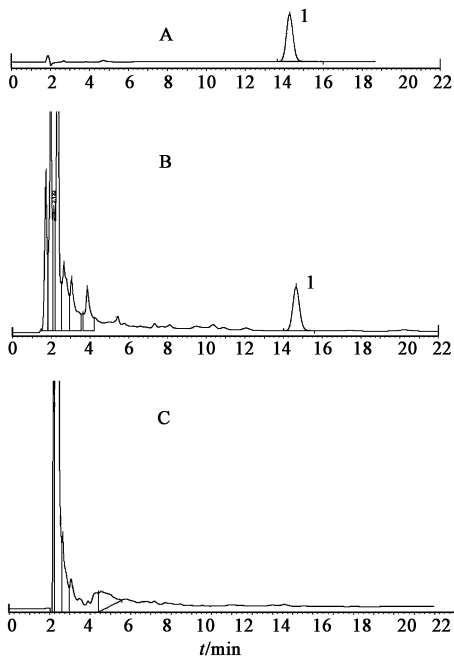
溶液,即得。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 取本品 1 袋,研细,取 0.6 g,精密稳定,置 50 mL 量瓶中,加 50% 甲醇适量,超声 30 min,放至室温,加 50% 甲醇定容至刻度,摇匀,0.45 μm 滤膜滤过,取续滤液,即得。

**2.2.3 阴性溶液的制备** 按女珍颗粒的制备方法,制备不含女贞子的阴性样品,按 2.2.2 项下操作,制得阴性样品溶液。

### 3 结果

**3.1 专属性考察** 精密吸取对照品溶液、供试品溶液和阴性溶液各 10 μL 注入高效液相色谱仪,检测,可见特女贞苷在 14 min 左右出现特征吸收峰,而阴性溶液无吸收峰,说明该方法专属性良好,见图 1。



A. 对照品;B. 女珍颗粒;C. 缺女贞子阴性;1. 特女贞苷

图 1 女珍颗粒 HPLC

**3.2 线性关系考察** 分别精密吸取 2.2.1 项下对照品储备液适量,用 50% 甲醇稀释成 0.06 g·L<sup>-1</sup> 的溶液,精密吸取对照品溶液 5,7.5,10,12.5,15 μL,分别注入高效液相色谱仪,进行测定。以峰面积 *Y* 为横坐标,质量 *X* 为纵坐标,作标准曲线,回归得标准曲线  $Y = 4 \times 10^{-7} X - 1.51 \times 10^{-2}$  ( $r = 0.999$ )。结果表明特女贞苷在 0.306 25 ~ 0.918 75 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

**3.3 精密度试验** 精密吸取对照品溶液 10 μL,重复进样 6 次,测定峰面积,其 RSD 0.35%,表明仪器精密度良好。

**3.4 重复性试验** 取女珍颗粒(批号 1105016)的

供试品,精密称定 6 份,按 2.2.2 项下方法制备,精密吸取溶液各 10 μL,进样测定含量,其 RSD 1.08%,结果表明重复性良好。

**3.5 稳定性试验** 取女珍颗粒(批号 1105016)的供试品,精密称取 0.603 g,按供试品溶液的制备方法制备,精密吸取 10 μL,每隔 2 h 进样 1 次,共 5 次,测定峰面积,其 RSD 1.42%,结果表明供试品溶液至少在 8 h 内稳定性良好。

**3.6 加样回收率试验** 取已知含量的女珍颗粒(批号 1105016) 0.3 g(含特女贞苷约 4.93 mg)共 6 份,精密称定,分别加入一定量的特女贞苷对照品,照 2.2.2 项下方法制备,并进样测定,计算其平均回收率为 98.00%,RSD 1.48%,结果表明本方法可行。

表 1 特女贞苷加样回收率试验

No.	取样量 /g	样品中含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.300 0	4.93	5.000 0	9.859 9	98.58	98.00	1.47
2	0.300 0	4.93	5.000 0	9.917 7	99.75		
3	0.300 0	4.93	5.000 0	9.890 1	99.19		
4	0.300 0	4.93	5.000 0	9.745 6	96.26		
5	0.300 0	4.93	5.000 0	9.821 0	97.79		
6	0.300 0	4.93	5.000 0	9.754 0	96.43		

**3.7 样品含量测定** 将不同批次的 6 批样品,按 2.2.2 项下方法制备,进样测定,采用外标法计算含量。见表 2。

表 2 特女贞苷含量测定( $n = 3$ )

批号	特女贞苷/(mg/袋)
0908005	15.78
1008016	17.04
1011020	23.27
1104005	18.30
1104006	22.26
1104007	23.22

本品每袋装 6 g,根据以上实验数据暂规定本品中特女贞苷含量为每袋含女贞子以特女贞苷(C<sub>31</sub>H<sub>42</sub>O<sub>17</sub>)计,不得低于 15.0 mg。

### 4 讨论

考察了加热回流提取、超声提取 2 种方法对特女贞苷含量测定的影响,提取溶剂分别采用稀乙醇、水、甲醇、30% 甲醇、50% 甲醇、70% 甲醇等 6 种,结

# 苍术-厚朴药对超临界萃取工艺研究及质量控制

王姿媛<sup>1\*</sup>, 何泽民<sup>2</sup>

(1. 广州中医药大学第一附属医院, 广州 510405; 2. 广东康裕医药有限公司, 广州 510623)

**[摘要]** **目的:** 优选超临界 CO<sub>2</sub> 流体萃取苍术-厚朴药对的最佳工艺并对萃取物进行质量控制。**方法:** 采用正交设计法, 以得油率为指标, 考察萃取压力、萃取温度、解析压力、解析温度等因素对萃取效果的影响; 采用 HPLC 建立提取物中厚朴酚、和厚朴酚及苍术素的含量测定方法。**结果:** 最佳工艺为萃取压力 26 MPa, 萃取温度 50 °C, 解析压力 8 MPa, 解析温度 35 °C。萃取物中和厚朴酚、厚朴酚及苍术素的平均含量为 9.81%, 12.52%, 7.26%。**结论:** 所得最佳萃取工艺条件切实可行, 萃取物质量稳定可控。

**[关键词]** 苍术-厚朴; 超临界二氧化碳提取; 正交设计

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)04-0155-04

## Extraction Technology Optimization of Cangzhu and Houpu Compatibility by SFE-CO<sub>2</sub> and Quality Control

WANG Zi-yuan<sup>1\*</sup>, HE Ze-min<sup>2</sup>

(1. First Affiliated Hospital Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510405, China;  
2. Gangdong Kangyu Pharmaceuticals Corporation, Guangzhou 510623, China)

**[Abstract]** **Objective:** To choose the optimal extraction conditions of Rhizoma Atractylodis and Cortex Magnoliae Officinalis compatibility by supercritical CO<sub>2</sub> and control the quality of the extract. **Method:** The orthogonal design experiments were used to choose the optimal conditions and the factors were extraction temperature, extraction pressure, resolution temperature and resolution pressure. The extraction rate was used as inspection index. The assaying by HPLC was established. **Result:** The optimal conditions were as follows: extraction temperature at 50 °C, extraction pressure of 26 MPa, resolution temperature of 35 °C, resolution pressure of 8 MPa. The average content of honokiol, magnolol and atisine chloride atractyadin was 9.81%, 12.52%, 7.26%. **Conclusion:** The method of supercritical CO<sub>2</sub> extraction is reliable and feasible; it can be used in industry. The

**[收稿日期]** 20120617(010)

**[基金项目]** 广州中医药大学创新基金项目(08CX45)

**[通讯作者]** \* 王姿媛, 副主任药师, 从事医院药学研究, Tel: 020-33398088, E-mail: wzyuan2004@163.com

果选择以 50% 甲醇作溶剂的超声提取方法。

比较了甲醇-水、乙腈-水、甲醇-0.1% 冰醋酸等 3 种流动相系统, 结果以甲醇-水作为流动相效果较好, 保留时间适当, 主峰与其他杂质峰能较好分离。

### [参考文献]

- [1] 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: 593.
- [2] 黄雯, 苏子仁, 毕文川, 等. HPLC 法测定女贞子药材中女贞苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2009, 29

(5): 824.

- [3] 靳晓明, 董琳, 范峰, 等. 女贞子化学成分与药理作用的研究进展[J]. 中医药信息, 2008, 25(1): 40.
- [4] 章光文, 周国平, 杨香菊, 等. HPLC 法同时测定山香圆片中女贞苷和野漆树苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2009, 29(6): 912.
- [5] 张学兰, 候杰, 李慧芬, 等. 炮制对女贞子中特女贞苷含量的影响[J]. 中药材, 2009, 32(4): 498.

[责任编辑 顾雪竹]