

HPLC 法测定祛风解毒颗粒中芍药苷的含量

王承华, 郑蕊*

(中国中医科学院西苑医院, 北京 100091)

[摘要] 目的: 建立祛风解毒颗粒中芍药苷的 HPLC 含量测定方法。方法: 采用色谱柱: Agilent C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水 (16: 84); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长: 230 nm; 柱温: 30 °C。结果: HPLC 法测芍药苷在 0.025 78~ 0.515 5 mg·mL⁻¹ 范围内, 线性关系良好, 样品平均回收率为 100.2%, RSD 为 1.25%。结论: HPLC 法测定祛风解毒颗粒中芍药苷的含量方法可行, 重复性良好, 测定结果可靠, 可用于祛风解毒颗粒的质量控制。

[关键词] 祛风解毒颗粒; 质量控制; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)12-0020-02

祛风解毒颗粒为苦地丁、赤芍等多味中药组成的复方制剂, 有疏风活血, 解毒祛瘀作用, 对风热毒邪淫于肌肤所致急慢性荨麻疹、血管性水肿、皮肤瘙痒症、过敏性紫癜等具有确切的治疗效果。本文采用 HPLC 法对祛风解毒颗粒进行质量控制研究。

1 仪器与试药

1.1 仪器 Agilent 1100 高效液相色谱仪(美国安捷伦公司); G1314A 可变波长检测器(美国安捷伦公

司); GR-202 型电子分析天平; 色谱柱 Agilent C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm)。

1.2 试药 芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号为 110736-200320); 祛风解毒颗粒(西苑医院中药制剂研究室制备, 批号分别为 20081221, 20081222, 20081223)。乙腈、甲醇(色谱纯, Fisher); 水为重蒸水; 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果^[1-4]

2.1 色谱条件 色谱柱: Agilent C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水 (16: 84); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长: 230 nm; 柱温: 30 °C。理论塔板数按芍药苷峰计算应不低于 1 500。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取芍药苷对照品

[收稿日期] 2009-07-30

[通讯作者] * 郑蕊, Tel: 13811135728, Fax: (010) 62869813; E-mail: zhengrui712@sina.com.cn

10.31 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得对照品储备液。

2.3 供试品溶液的制备 取祛风解毒颗粒约 10 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 mL, 称定重量, 浸泡 4 h, 超声处理 20 min, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

2.4 阴性对照溶液制备 称取缺少赤芍的阴性样品 10 g, 照上述供试品溶液的制备方法制成阴性空白样品溶液。

2.5 方法专属性 分别吸取芍药苷对照品溶液, 供试品溶液, 阴性对照溶液各 10 μ L 进样, 检测, 结果: 对照品、供试品溶液色谱中芍药苷峰均达到基线分离(见图 1, 图 2), 阴性对照溶液中无相应色谱峰(见图 3), 表明无干扰。

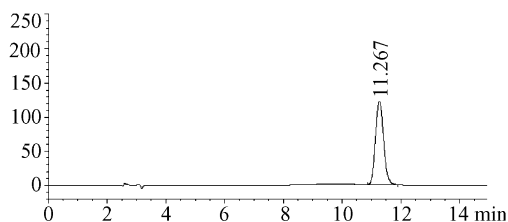


图 1 芍药苷对照品 HPLC 图

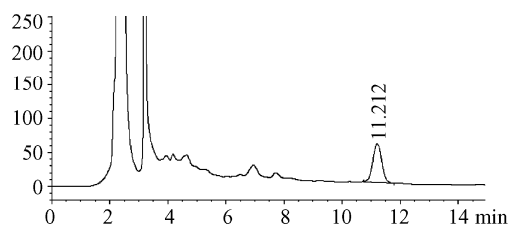


图 2 祛风解毒颗粒样品 HPLC 图

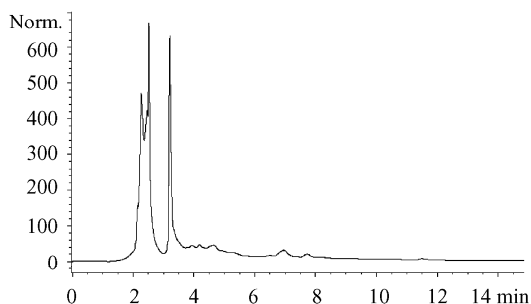


图 3 阴性对照溶液 HPLC 图

2.6 线性关系的考察 精密量取芍药苷对照品储备液, 分别配成 0.025 78, 0.051 55, 0.154 6, 0.257 8, 0.360 8, 0.515 5 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的溶液, 按上述色谱条件各进样 10 μ L, 测定峰面积, 以浓度($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)为横坐标, 峰面积(A)为纵坐标进行线性回归, 得回归方程: $A = 7\,139.7C + 30.233$, $r = 0.999\,7$ ($n = 6$)。表明芍药苷在 0.025 78~ 0.515 5 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内线性关

系良好。

2.7 精密度试验 取 0.154 6 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 对照品溶液, 连续重复进样 5 次, 每次 10 μ L, 记录芍药苷色谱峰面积值, RSD 为 1.11%, 表明精密度良好。

2.8 稳定性试验 取同一供试品溶液, 分别在 0, 1, 2, 4, 8, 12 h 进样, 每次 10 μ L, 记录色谱峰面积值, RSD 为 0.86%。结果表明供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.9 重复性试验 取同一批号祛风解毒颗粒 5 份, 按 2.2 项下供试品溶液制备方法制备并测定芍药苷的含量, RSD 为 1.30%, 表明重现性良好。

2.10 加样回收率试验 取已知含量祛风解毒颗粒 5 份, 每份约 5 g, 精密称定, 分别添加浓度为 1.031 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的芍药苷对照品溶液 1 mL, 按 2.2 项下供试品溶液制备方法制备并测定, 计算, 平均回收率为 100.23%, 结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果

编号	原有量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	2.082		3.115	100.19		
2	2.049		3.086	100.58		
3	2.065	1.031	3.089	99.32	100.23	1.25
4	2.102		3.122	98.93		
5	2.070		3.123	102.13		

2.11 样品含量测定 分别取 3 批样品, 按上述方法制备样品溶液并测定芍药苷峰面积, 测定结果分别为 0.416 8, 0.400 2, 0.428 3 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)。

4 讨论

祛风解毒颗粒是我院自行研制的治疗过敏性疾病的复方中药颗粒剂, 鉴于“治风先治血, 血行风自灭”, 我们选择方中的活血药赤芍作为质量控制指标。本试验建立了赤芍主要成分芍药苷的 HPLC 含量测定方法, 并对此方法进行了方法学验证, 结果表明, 该方法测定简便、快捷, 重复性好, 可用于祛风解毒颗粒的质量控制。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005: 109.
- [2] 林伟忠. 白芍及其复方制剂中芍药苷测定方法研究[J]. 中成药, 1997, 19(6): 43-44.
- [3] 娄敏, 李霞, 王彦礼, 等. 高效液相测定双贯粒中芍药苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2007, 13(6): 16-17.
- [4] 胥爱丽, 庄玉坚. 胃舒口服液的质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2008, 14(6): 9-11.