

HPLC 法测定乳癖康颗粒中芍药苷的含量

王丽娜^{1*}, 李云涛¹, 党长萍²

(1. 哈药集团世一堂制药厂, 黑龙江 哈尔滨 150088;

2. 哈尔滨绿行医药科技开发有限公司, 黑龙江 哈尔滨 150088)

[摘要] 目的: 用 HPLC 法测定乳癖康颗粒中芍药苷的含量。方法: 样品经稀乙醇超声提取后, 采用 HPLC 法测定乳癖康颗粒中芍药苷的含量, 使用 C₁₈ 色谱柱, 乙腈-0.1% 磷酸(15: 85) 为流动相, 检测波长 230 nm, 流速 1 mL·min⁻¹, 柱温 40 ℃。结果: 芍药苷在(0.26~ 4.13) μg 范围内线性关系良好, 相关系数 $r = 0.999\ 9$, 平均回收率 99.8%。结论: 样品处理方法合理, 方法学考察符合定量要求, 结果准确, 可用于乳癖康颗粒中芍药苷的含量测定。

[关键词] 乳癖康颗粒; 芍药苷; 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(2008)09-0009-02

[收稿日期] 2008-02-20

[基金项目] 哈尔滨市科学技术局学科后备带头人基金
(2005AFXGJ007)。

[通讯作者] * 王丽娜, Tel: (0451) 84667617

乳癖康颗粒由白芍、三棱、莪术、当归、川芎等药味组成, 具有疏肝解郁, 活血祛瘀等功效。乳癖康颗粒组成药物的主要成分性质相近, 为了控制产品质量, 本文用 HPLC 法对本品中所含芍药苷进行了含量测定。

1 仪器与试剂

Agilent1100 高效液相色谱仪, 包括 G1379A 脱气机, G1311A 四元泵, G1316A 柱温箱, G1314A 可变波长检测器, G1328B 手动进样器及支架, G2170AA 色谱工作站。

芍药苷对照品由中国生物制品检定所提供, (批号: 110736-200320), 乙腈为色谱纯, 水为蒸馏水, 其余试剂为分析纯, 乳癖康颗粒(自制)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Alltima C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 乙腈-0.1% 磷酸(15: 85) 为流动相; 检测波长为 230 nm; 流速 1 mL·min⁻¹; 柱温 40 °C; 理论塔板数按芍药苷峰计不低于 2 500^[1]。

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 0.15 mg 芍药苷的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取质量差异项下的本品约 3.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入稀乙醇(取乙醇 529 mL, 加水稀释至 1 000 mL) 50 mL, 密塞, 精密称定。超声处理(功率 250 W, 频率 45 KHz) 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, 以 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得^[2]。

2.4 测定方法与结果 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL, 注入高效液相色谱仪, 如法测定。

2.5 方法考察

2.5.1 标准曲线的制备 精密称取芍药苷对照品 10.32 mg, 置 20 mL 量瓶中, 加稀乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得浓度为 0.516 mg·mL⁻¹ 的标准品贮备液。分别精密吸取上述浓度为 0.516 mg·mL⁻¹ 的标准品贮备液 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 加稀乙醇稀释至刻度, 摇匀, 分别制成每 1 mL 含芍药苷 0.025 8, 0.051 6, 0.103 2, 0.206 4, 0.412 8 mg 的溶液, 分别精密吸取上述溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。以进样量为横坐标, 峰面积积分为纵坐标, 绘制标准曲线, 回归方程为 $Y = 9.43 \times 10^{-3} X + 7.38$ ($r = 0.999 9$) 线性范围在 (0.26~ 4.13) μg 间呈良好的线性关系。

2.5.2 加样回收试验 精密称取 6 份样品(含量

2.15 mg·g⁻¹), 分别置具塞锥形瓶中, 加入含量为 3.16 mg·mL⁻¹ 的芍药苷对照品溶液 1 mL, 加入稀乙醇 49 mL, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 250 W, 频率 45 KHz) 30 min, 滤过, 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, 以 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。分别精密吸取上述溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。结果见表 1。

表 1 芍药苷含量回收率试验结果

样品中 含量(mg)	加入对照 品量(mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	平均回 收率(%)	RSD (%)
3.19	3.16	6.32	99.1		
3.12	3.16	6.26	99.4		
2.97	3.16	6.14	100.3	99.8	0.9
3.27	3.16	6.39	98.7		
3.12	3.16	6.32	101.3		
3.24	3.16	6.39	99.7		

2.5.3 精密度试验 吸取浓度为 0.15 mg·mL⁻¹ 浓度的对照品溶液 10 μL 注入液相色谱仪, 重复进样 6 次, 计算峰面积 RSD= 0.2%。

2.5.4 重复性试验 取同一批号的乳癖康颗粒, 按 2.3 项方法制备 6 份样品, 色谱条件如上所述, 含量分别为 2.14, 2.15, 2.15, 2.16, 2.16, 2.13 mg·g⁻¹, 计算 RSD 为 0.5%, 说明重复性较好。

2.5.5 稳定性试验 取同一供试溶液, 每隔 2 h 测定 1 次, 结果表明在 8 h 稳定性良好。

2.5.6 样品测定 按上述方法测定 3 批样品中芍药苷的含量, 测定结果分别为 2.41, 2.08, 1.98 mg·g⁻¹。

3 讨论

本试验分别采用了稀乙醇超声处理 20 min、30 min 及甲醇加热回流 30 min 3 种方法的比较试验, 结果表明稀乙醇超声处理 30 min 的提取效果最好。

本方法可用于乳癖康颗粒中芍药苷的测定。

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 卫生部药品标准中成药方制剂第十九册[S]. 1998. 170.
- [2] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997. 1477.