

# 高效液相法测定双贯颗粒中芍药苷的含量

娄 敏<sup>1</sup>, 李 霞<sup>1</sup>, 王彦礼<sup>2</sup>, 韩曼雪<sup>1</sup>, 李荣生<sup>1</sup>, 李 韦<sup>2</sup>, 王怡薇<sup>2\*</sup>

(1. 中国中医科学院实验药厂, 北京 100700; 2. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

**[摘要]** 目的: 建立双贯颗粒的质量标准。方法: 用 HPLC 法测定该药中芍药苷的含量。结果: 芍药苷在 0.516~ 2.580  $\mu\text{g}$  范围内线性关系良好( $r = 0.9999$ )。平均回收率为 99.59%, RSD 为 1.06%。结论: 所建立的定量方法简便可行、重现性好, 可用于该药的质量控制。

**[关键词]** 双贯颗粒; 高效液相法; 质量标准

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2007)06-0016-02

双贯颗粒是治疗风热感冒的中成药其处方由金银花、赤芍和绵马贯众等组成。具有解毒清热的功效, 用于外感风热引起的发热、头痛、鼻塞、喷嚏、咽痛、全身乏力、酸痛等流行性感冒和普通感冒。为了有效的控制产品的质量, 本文用 HPLC 法测定芍药苷的含量, 以此作为质量控制的标准。

## 1 仪器及材料

高效液相色谱仪: 美国 HP1100 液相色谱仪, GI311A 四元泵, GI1313A 自动进样器, GI1316A 柱温箱, GI1315A 二极管矩阵检测器, HPCHEM 色谱工作站。超声波清洗器: KQ100 型(昆山市超声波仪器厂)工作频率 40 kHz, 输出超声电功率 100 W。甲醇色谱纯(天津四友生物医学技术有限公司), 高纯水, 双贯颗粒由中国中医科学院实验药厂提供。芍药苷对照品(736-9205)是由中国生物制品检定所提供, (供含量测定用)纯度在 99% 以上。

**[收稿日期]** 2007-01-08

**[通讯作者]** \* 王怡薇, Tel: (010) 64014411-2981

## 2 含量测定

**2.1 色谱条件** 色谱柱: ZORBAX RX-C18(4.6 mm × 250 mm), 5 μm, 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(30: 70: 0.5), 检测波长 230 nm, 理论板数按芍药苷峰计算应不低于4 000, 流速 1 mL/min, 柱温: 室温。此条件下芍药苷与其它成分达到基线分离。双贯颗粒阴性(空白)对照液, 在芍药苷的色谱峰处未见明显色谱吸收峰, 故表明无明显干扰。

**2.2 超声处理时间的选择** 提取溶媒及提取方法参照中国药典 2000 版<sup>[1]</sup>对超声 5, 10, 20, 30 min 进行了比较实验, 结果制剂中芍药苷含量(mg/袋)分别为 70.36, 71.63, 71.23, 71.18, 4 种超声处理时间对测定结果的影响没有明显差异, 故选用超声处理 10 min。

**2.3 对照品溶液的制备** 精密称取芍药苷对照品 10 mg 置 25 mL 量瓶中, 加 20% 甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 3 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加 20% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得(每 1 mL 中含芍药苷 48 μg)。

**2.4 供试品溶液的制备** 取本品约 0.3 g, 研细, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加甲醇 25 mL, 密塞, 称定重量, 超声处理 10 min, 放冷, 称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过。弃去初滤液, 精密量取续滤液 10 mL, 蒸干, 残渣加 20% 甲醇溶解, 并定量转移置 10 mL 量瓶中, 加 20% 甲醇稀释置刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.5 μm)滤过, 取滤液作为供试品溶液。

### 2.5 方法学观察

**2.5.1 线性关系** 取芍药苷对照品适量, 精密称定, 加 20% 甲醇制成每 1 mL 含 0.516 μg 的溶液, 精密吸取 1, 2, 3, 4, 5 μL 注入液相色谱仪, 连续进行 3 次, 测定峰面积, 以芍药苷微克数为横坐标, 峰面积为纵坐标, 作图得到标准曲线, 其回归方程为:  $Y = 26.8 + 997.9X$ ,  $r = 0.9999$ 。表明芍药苷量在 0.516~2.580 μg 范围内具有良好的线性关系。

**2.5.2 精密度试验** 精密吸取同一供试品溶液(批号: 001018), 重复进样 5 次, 芍药苷峰面积积分值相对标准偏差 0.37%。

**2.5.3 重复性试验** 取同批样品(批号: 001018), 制备 7 份供试品溶液进行测定, 计算相对标准偏差 2.38%, 说明含测方法可行。

**2.5.4 稳定性试验** 对同一供试品溶液(批号: 001018), 分别于 0, 1, 2, 4, 6, 24, 28 h 进行测定, 结果峰面积 RSD 为 0.31%, 表明芍药苷在 28 h 内基本稳定。

**2.5.5 回收率试验** 采用加样回收法, 精密称定已知含量的本品 5 份(批号: 001018, 含量 72.10 mg/袋), 分别精密加入芍药苷对照品, 按正文供试品溶液制备并测定, 平均回收率为 99.59%, 相对标准偏差为 1.06%。说明方法是可靠的, 结果见表 1。

表 1 芍药苷回收率测定结果

序号	称样量 (g)	制剂中芍 药苷含量 (mg)	添加量 (mg)	测出量 (mg)	回收率 (%)	平均回 收率(%)	RSD (%)
1	0.154 0	1.108 8	1.32	2.422	99.5		
2	0.173 3	1.247 8	1.35	2.569	97.9		
3	0.147 0	1.058 4	1.35	2.410	100.1	99.59	1.06
4	0.175 3	1.262 2	1.30	2.571	100.7		
5	0.151 0	1.087 2	1.28	2.362	99.61		

**2.6 样品测定** 分别取 10 批不同批次成品, 制成供试品溶液, 分别精密吸取芍药苷对照品溶液 2 μL 与供试品溶液 10 μL, 注入高效液相色谱仪, 依法测定, 芍药苷含量按外标一点法计算, 芍药苷含量(mg/袋)分别为 71.64, 67.67, 71.38, 68.54, 69.89, 72.08, 66.35, 71.05, 66.41, 72.65。

## 3 讨论

该制剂中, 赤芍为方中主要药, 目前测定赤芍中芍药苷的测定方法也有 HPLC 测定法, 我们根据参考文献并通过实验, 拟定了该制剂中用 HPLC 测定赤芍中芍药苷的方法。结果表明, 阴性无干扰, 专属性强, 完全可用于该制剂的质量控制。

### [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, 2000. 125.