DOI:10.19789/j.1004-9398.2015.05.012

HPLC 测定和胃平肝丸中芍药苷的含量

郝 睿 王英锋* 张 颖
(首都师范大学分析测试中心,北京 100048)

摘 要

目的:建立高效液相色谱法测定和胃平肝丸中芍药苷的含量. 方法:采用高效液相色谱法测定和胃平肝丸中芍药苷的含量. 色谱柱:Eclipse XDB-C18 (4.6 mm × 150 mm,5 μm) 分析柱;流动相:乙腈-水(11∶89);检测波长:232 nm;流速:1.0 mL·min^{-1};柱温:30 ℃. 结果:芍药苷与其他成分分离良好;芍药苷进样量在 0.12 ~ 0.60 μg 范围内有良好的线性关系(r = 0.999 9),平均回收率(n = 6)为 99.12%. 结论:该方法简便、准确,重复性好.

关键词:和胃平肝丸,芍药苷,高效液相色谱法.
中图分类号:O657.7

和胃平肝丸是舒气平肝,和胃止痛的良方. 用于肝胃不和,气郁结滞引起的两胁胀满,倒饱嘈杂,气逆作呕,胃脘刺痛,饮食无味. 芍药苷是其组成药物白芍的有效成分之一,具有显著的镇痛、镇静、抗惊厥作用. 本研究采用高效液相色谱法(HPLC)对制剂中芍药苷含量进行测定. 实验证明该法准确、快捷、灵敏、重现性好.

1 仪器与试药

Waters 600-717-2996 高效液相色谱仪(自动进样器,PDA 检测器;Empower 色谱工作站);芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110736-200630);和胃平肝丸为市售药物;乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯,水为超纯水.

2 方法与结果

2.1 色谱条件

Eclipse XDB-C18 色谱柱(4.6 mm × 150 mm,5 μm),以乙腈-水(11∶89)为流动相,检测波长 232 nm,流速 1.0 mL·min^{-1},柱温 30 ℃,进样量 20 μL.

2.2 对照品溶液的制备

精密称取芍药苷对照品 1.50 mg 于 25 mL 容量瓶中,加甲醇使溶解制成每 1 mL 含 0.060 mg 的溶液,作为对照品储备液.

2.3 阴性对照品溶液的制备

按处方量称取除白芍外的药材,置具塞锥形瓶中,精密加 70% 乙醇 50 mL,密塞,称定重量,超声 30 min,放冷,密塞,再称定重量,用 70% 乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,过 0.45 μm 有机微孔滤膜,作为阴性对照品溶液.

2.4 供试品溶液的制备

取重量差异项下的本品,剪碎,混匀,取约 0.5 g,精密称定,加入硅藻土 0.5 g,研匀,置具塞锥形瓶中,精密加 70% 乙醇 50 mL,密塞,称定重量,超声 30 min,放冷,密塞,再称定重量,用 70% 乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,过 0.45 μm 有机微孔滤膜,作为供试品溶液.

2.5 系统适用性试验及专属性考察

精密吸取对照品溶液、供试品溶液及空白对照品溶液各 20 μL,分别按照上述色谱条件进样,色谱图见图 1. 理论塔板数按芍药苷峰计算不低于 2 000,芍药苷峰与相邻色谱峰的分离度均大于 1.5.

2.6 线性关系考察

分别精密吸取对照品储备液 2,4,6,8,10 μL 进样测定,记录色谱图. 以进样量(X, μg)对色谱峰面积积分值(Y)作标准曲线,并进行回归,计算得回归方程为:Y = 1 432 113X − 6 744,r = 0.999 9,线性范

收稿日期:2014-09-29
* 通讯作者. E-mail:wangyf@mail.cnu.edu.cn

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

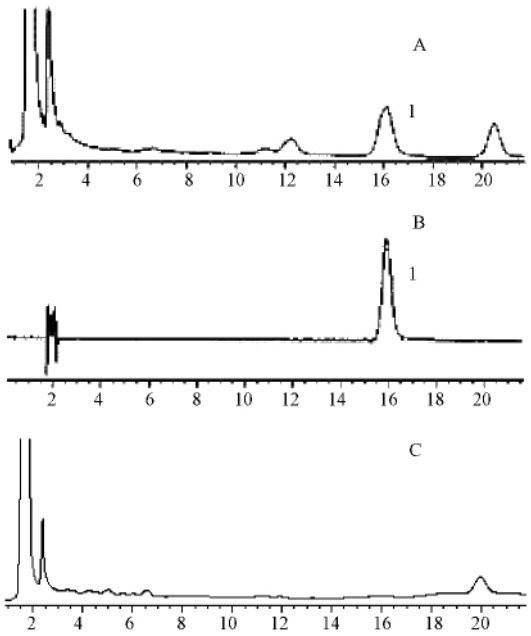


图 1 和胃平肝丸 HPLC 图

A. 供试品;B. 对照品;C. 空白对照;1. 芍药苷

围 0.12 ~ 0.60 μg.

2.7 稳定性试验

取同一批样品的供试品溶液,分别在 0,1,3,5,8,12,18,24 h 进行 HPLC 测定,记录峰面积积分值. 芍药苷峰面积积分值 RSD 为 1.59%.

2.8 精密度试验

取同一批号的和胃平肝丸供试品 0.5 g,按 2.4 项下方法制备供试品溶液,按拟定的色谱条件连续进样 6 次,测定芍药苷峰面积,计算 RSD 为 0.74%.

2.9 重复性试验

精密称取同批样品 6 份,按 2.4 项下方法制备供试品溶液,按拟定的色谱条件进行测定. 测得芍药苷的平均含量($n = 6$)为 0.761 2 mg·g^{-1},RSD 为 2.09%.

2.10 加样回收率试验

取已知含量(0.761 2 mg·g^{-1})的同批样品 6 份,每份约 0.25 g,精密称定,分别精密加入芍药苷对照品 180 μg,按 2.4 项下方法制备供试品溶液,按拟定的色谱条件进行测定. 结果平均回收率($n = 6$)为 99.41%,RSD 为 1.79%.

2.11 样品含量测定

精密称取 3 批和胃平肝丸样品,每批 2 份,分别按 2.4 项下方法制备供试品溶液,按拟定的色谱条件进行测定,按照外标法计算芍药苷含量. 结果见表 1.

表 1 样品测定结果($n = 2$)

批号	含量 /mg·g^{-1}
20130201	0.756 5
20130202	0.773 4
20130203	0.791 0

3 讨 论

3.1 检测波长的选择

对芍药苷对照品溶液在 190 ~ 400 nm 内做了紫外扫描,芍药苷在 232 nm 处有强吸收峰,因此选择 232 nm 为检测波长.

3.2 流动相的选择

考察了不同比例的乙腈-水的流动相系统,结果表明,采用乙腈-水(11∶89)作流动相时出峰时间较快,峰型较好.

3.3 提取方法的选择

采用 70% 乙醇为提取溶剂,考察了超声提取和回流提取 2 种方法,结果表明,超声提取比回流提取方法提取完全,因此采用了超声提取方法.

3.4 提取溶剂的选择

采用超声的提取方法,考察了 100% 乙醇,70% 甲醇,70% 乙醇的提取效果,结果表明,70% 乙醇提取效率最高,因此选择了 70% 乙醇为提取溶剂.

3.5 提取时间的选择

分别考察了超声 20 min,30 min,40 min 的提取效果,结果表明,超声 30 min 与超声 40 min 提取效率无明显差别,说明超声 30 min 已经能够提取完全,因此选择了超声 30 min.

参 考 文 献

[1] 中国药典[S]. 一部. 2010:96.

[2] 尹宁宁,徐华玲,徐丽华. 白芍中芍药苷含量测定影响因素的实验研究[J]. 中国医药导报, 2009, 6(11):43.

[3] 冀兰鑫,傅俊曾,黄浩,等. 赤芍中氧化芍药苷和芍药苷的含量测定[J]. 亚太传统医药,2010,6(7):18.

[4] 李冬雪,杜守颖,贾海英,等. 对《中国药典》2000 年版 I 部白芍中芍药苷含量测定方法的探讨[J]. 时珍国医国

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

药,2005,16(4):311.

HPLC Determination of Paeoniflorin in Heweipinggan Pill

Hao Rui Wang　Ying-feng*　Zhang Ying

(Analysis and Testing Center,Capital Normal University,Beijing　100048)

Abstract

This article established a method for determination of paeoniflorin in HeweiPinggan pills. HPLC determination of paeoniflorin in Heweipinggan pills. Eclipse XDB-C18 (4.6 mm × 150 mm,5 μm) column was adopted. The mobile phase consisted of acetonitrile-water(11∶89) at the flow rate of 1.0 mL·min^{-1}; The detecting wavelength was 232 nm,and the conlumn temperature was 30 ℃. Paeoniflorin was well separated;The linearity was obtained within the range of 0.12 ~ 0.60 μg(r = 0.999 9),The average recovery (n = 6) was 99.12%. The method is simple, accurate and reproducible, and can be used for determination of paeoniflorin in HeweiPinggan pills.

Key words: Heweipinggan pills, paeoniflorin, HPLC.

(上接第 56 页)

Cr (VI) Reaction Technology of electrochemical Zero Valent Metal Removal

Qin Xu

(Longnan Teachers College, Chengxian Gansu　742500)

Abstract

Chromium is a common pollutant in groundwater in industrial region because it is a raw material which is often used by many industries. The potential for using zero valent iron to treat chromium pollution in situ has been concerned in recent years. The surface area and the passivity of the passive film on the iron surface are very important factors for chromium removal by zero valent iron. The surface area for nanolized iron is much larger and the passive film for nanolized iron is much thinner than that for commercial powder iron. Therefore, the chromium removal rate in nanolized iron system should be much higher than that in commercial powder iron system. The efficiencies of chromium removal in nanolized iron and commercial powder iron (J. T. Baker) systems were compared in this work. The results show that the existence of chloride and sulfate ions can increase the rate of chromium removal by zero valent iron in commercial powder iron system. Otherwise existence of the phosphate, perchloride and nitrate ions can reduce the rate of chromium removal by zero valent iron in commercial powder iron system.

Key words: chromium, commercial powder iron, nanolized iron.

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net