

剂 5 mL, 按供试品溶液制备方法操作, 进样 20 μL 。测定结果见表 3。

表 3 样品测定结果 ($n=3$)

| 批号 | 秦皮乙素 | | | 咖啡酸 | | |
|----------|--|------|-----------|--|------|-----------|
| | 测得值 / $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ | 平均值 | RSD /% | 测得值 / $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ | 平均值 | RSD /% |
| 20070715 | 77.0 | 77.0 | 0.1 | 28.5 | 28.5 | 0.2 |
| | 76.9 | | | 28.5 | | |
| | 77.1 | | | 28.6 | | |
| 20070716 | 56.3 | 56.2 | 0.1 | 28.6 | 28.6 | 0.4 |
| | 56.2 | | | 28.4 | | |
| | 56.2 | | | 28.7 | | |
| 20070718 | 30.2 | 30.1 | 0.3 | 15.7 | 15.7 | 0.2 |
| | 30.1 | | | 15.7 | | |
| | 30.0 | | | 15.6 | | |

3 讨论

考察了甲醇-0.2% 磷酸水溶液、乙腈-0.2% 磷酸水溶液、乙腈-甲醇-0.2% 磷酸水溶液三种流动相组成, 最后确定乙腈-甲醇-0.2% 磷酸水溶液, 峰形好, 分离好。

考察了 3 批蒲公英剂中秦皮乙素、咖啡酸的含量, 从结果可以看出有较大差别, 因此有必要进行质量监控。

参考文献

- [1] 陈 锋, 何冰冰, 杨晓红. 蒲公英剂的质量标准研究 [B]. 中国现代应用药学杂志, 2006, 23(4): 319-321.
- [2] 晏 媛, 刘世鑫, 许重远, 等. 高效液相色谱法同时测定蒲公英中咖啡酸和阿魏酸的含量 [B]. 中国现代应用药学杂志, 2006, 23(3): 229-231.
- [3] 郭晓秋. HPLC 法测定紫花地丁中秦皮乙素的含量 [A]. 江西中医学院学报, 2006, 18(1): 34.

HPLC 法测定健身宁片中 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷

邢俊波¹, 曹 红¹, 陈玉敏¹, 水彩虹¹, 刘成红¹, 王朝红² (1. 总局卫生部药品仪器检验所 北京 100071; 2. 公安部物证鉴定所 北京 100038)

摘要 目的: 建立测定健身宁片中 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷的 HPLC 定量法。方法: 采用高效液相色谱法。以 Diamonsil C₁₈ (4.6 mm \times 250 mm, 5 μm) 为色谱柱; 流动相: 乙腈-水 (23:77); 流速: 1.0 mL \cdot min⁻¹; 检测波长: 320 nm; 结果: 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷在 0.024 72 ~ 0.593 28 μg 范围内。进样量与峰面积线性关系良好 ($r = 0.999 9$)。平均回收率为: 100.75% (RSD = 2.64%)。结论: 方法简便、快速准确、灵敏度高, 重现性好。可作为健身宁片的含量测定法。

关键词: 高效液相色谱法; 健身宁片; 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯苷

中图分类号: 921.2 文献标识码: A 文章编号: 1009-3656(2009)-1-40-3

Determination of 2,3,5,4'-tetrahydroxy-2-O- β -D-glycoside in Jianshenning Tablet by HPLC

Xing Jun-bo¹, Cao Hong¹, Chen Yu-min¹, Shui Cai-hong¹, Liu Cheng-hong¹, Wang Zhao-hong² (1. Institute for Drug and Instrument Control of PLA, Beijing 100071; 2. Analytical toxicology department of Forensic Science Institute, Public security ministry, Beijing 100038)

Abstract Objective: To establish a method for the determination of 2,3,5,4'-tetrahydroxy-2-(O- β -D)-glycoside in Jianshenning Tablet by HPLC. **Methods:** The HPLC system consisted of Diamonsil C₁₈ column (4.6 mm \times 250 mm, 5 μm), acetonitrile-water (23:77); flow rate at 1.0 mL \cdot min⁻¹ and detected with UV at 320 nm. **Results:** The method had good linear relationship within the range 0.024 72 ~ 0.593 28 μg of 2,3,5,4'-tetrahydroxy-2-O- β -D-glycoside, the correlation coefficient (r) was 0.999 9. The result ($n=6$) of the recovery was 100.75% (RSD = 2.64%). **Conclusion:** The method is simple, fast, rapid, accurate and suitable for the determination of preparation.

Key words: HPLC; Jianshenning Tablet; 2,3,5,4'-tetrahydroxy-2-O- β -D-glycoside

作者简介: 邢俊波, 男, 副主任药师。学科及研究方向: 中药化学及药物分析。联系电话: 13520588573。

健身宁片为《部颁标准》第 2 册收载品种,由何首乌、黄精、熟地黄、当归等 10 味药组成,具有滋补肝肾,养血健身。用于肝肾不足引起的腰酸腿软,神疲体倦,头晕耳鸣,心悸气短,须发早白。原标准无含量测定项,本研究为国家药典委员会“药品标准提高行动计划”课题。何首乌为方中君药,为控制其内在质量^[1,2],本文采用高效液相法对其主要有效成分 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷进行了测定,方法简便快速,重现性好,能较好地控制其质量。

1 仪器与试药

1.1 仪器

岛津 LC-10ATvp 高效液相色谱仪, DAD 检测器。

1.2 试药

对照品 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷(批号 0844-200003,供含量测定用)由中国药品生物制品检定所提供。健身宁片(批号 060301,060302,060303),北京同仁堂健康药业有限公司。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5

μm)分析柱;流动相:乙腈-水(23:77)为流动相;检测波长为 320 nm;流速:1.0 mL · min⁻¹。理论板数按 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷峰计算应不低于 2 000。

2.2 供试品溶液制备

取本品 20 片,除去糖衣,精密称定,研细,取 0.4 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇 50ml,密塞,称定重量,超声处理 30 min,取出,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,取上清液用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。

2.3 对照品溶液制备

精密称取 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品适量,加稀乙醇制成每 1 mL 含 0.12 mg 的溶液,精密量取 5 mL,置 25 mL 量瓶中,加稀乙醇至刻度,摇匀,即得。

2.4 专属性试验

按处方量配制缺何首乌的阴性对照样品,照供试品溶液制备方法制备并测定,比较了供试品溶液、2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品溶液、阴性对照液的色谱图,结果样品中 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷峰与其它组分色谱峰能达到基线分离,阴性对照液中色谱峰对测定无干扰(图 1)。

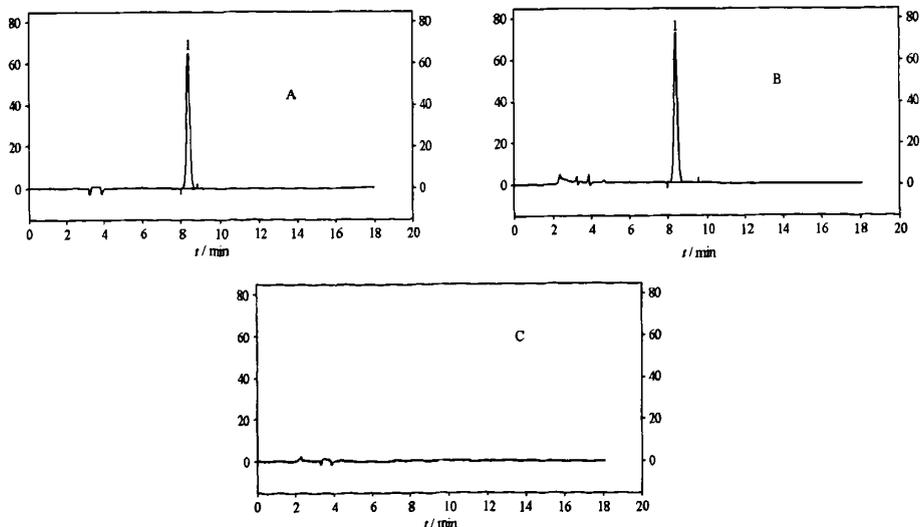


图 1 HPLC 色谱图

A. 对照品溶液; B. 供试品溶液; C. 阴性对照溶液; 1. 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷

2.5 线性关系的考察

分别精密吸取 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品溶液(浓度为 0.049 44 g · L⁻¹)0.5, 1, 3, 5, 7, 9, 12 μL , 注入液相色谱仪, 按上

述色谱条件测定峰面积, 以对照品进样量(μg)为横坐标(X), 以峰面积为纵坐标(Y), 绘制标准曲线, 计算回归方程: $Y = 3\ 428\ 317.652X - 10\ 275.704$, $r = 0.999\ 9$ 。

结果表明:2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*- β -*D*-葡萄糖苷在 0.024 72 ~ 0.593 28 μg 范围内有良好的线性关系。

2.6 精密度试验

精密吸取对照品溶液在上述色谱条件下,连续进样 6 次,测定峰面积,结果 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*- β -*D*-葡萄糖苷峰面积的 RSD 为 0.45%。

2.7 稳定性试验

精密称取供试品(批号 060301)0.401 5 g,照供试品溶液制备方法制备,精密吸取 10 μL ,每间隔一定时间进样,测定,2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*- β -*D*-葡萄糖苷峰面积的 RSD 为 1.24%。结果表明,供试品溶液在 22 h 内基本稳定,本方法有良好的稳定性。

2.8 重复性试验

表 1 加样回收率试验

| 称样量 /g | 样品中二苯乙烯葡萄糖苷 的含量/mg | 加入二苯乙烯葡萄糖苷 /mg | 实测量 /mg | 回收率 /% | 平均回收率 /% | RSD /% |
|-----------|-----------------------|-------------------|------------|-----------|-------------|-----------|
| 0.203 1 | 1.417 1 | 1.400 0 | 2.837 3 | 101.44 | | |
| 0.201 9 | 1.408 7 | 1.400 0 | 2.844 3 | 102.54 | | |
| 0.201 6 | 1.406 6 | 1.400 0 | 2.822 8 | 101.16 | 100.75 | 2.64 |
| 0.205 4 | 1.433 2 | 1.400 0 | 2.841 4 | 100.59 | | |
| 0.200 1 | 1.396 2 | 1.400 0 | 2.735 4 | 95.66 | | |
| 0.205 8 | 1.436 0 | 1.400 0 | 2.879 4 | 103.10 | | |

表 2 健身宁片中 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*- β -*D*-葡萄糖苷的含量($n=4$)

| 批号 | 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2- <i>O</i> - β - <i>D</i> -葡萄糖苷含量(mg/片) |
|--------|---|
| 060301 | 2.1 |
| 060302 | 2.0 |
| 060303 | 2.2 |

法,结果表明超声处理效果较理想。对甲醇、稀乙醇、70%乙醇、50%甲醇、70%甲醇等溶剂进行超声处理,表明稀乙醇作溶剂提取率最高。最后对超声

精密称取同一批号样品 6 份,按“供试品溶液”项下方法操作,结果 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*- β -*D*-葡萄糖苷平均含量为 6.977 4 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$,RSD 为 0.74%。

2.9 加样回收率试验

精密称取已知含量的同一批号样品(2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-(*O*- β -*D*)-葡萄糖苷含量为 6.977 4 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)约 0.2 g,分别精密加入对照品溶液(浓度为 0.028 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)各 50 mL,按供试品溶液的制备方法制备及上述色谱条件,测定其含量,结果见表 1。

2.10 样品测定

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL ,注入液相色谱仪,测定,结果见表 2。

3 讨论

试验中考察了回流提取、超声处理、冷浸等方

处理时间进行了优化比较。

在试验中,对 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*- β -*D*-葡萄糖苷对照品溶液,在 200 ~ 400 nm 进行光谱扫描,结果在 320 nm 处有最大吸收,灵敏度最高,故选择 320 nm 为测定波长。

参考文献

- [1] 饶高雄,解奉江,王文静,等. 云南不同产地何首乌中二苯乙烯苷的 HPLC 测定. 云南中医学院学报,2004,27(3):16-17.
- [2] 刘振丽,宋志前. 不同地区制何首乌中二苯乙烯苷含量测定及稳定性考察. 中成药,2002,24(9):684-685.

RP-HPLC 法测定复方麻黄碱滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量

周桂坤,闫凤杰,王艳楠(内蒙古通辽市药品检验所,通辽 028000)

摘要 目的:采用 RP-HPLC 法测定复方麻黄碱滴鼻液中盐酸麻黄碱的含量。盐酸麻黄碱在 0.2 ~ 3.0 μg 范围内呈良好的线性关系,相关系数 $r=0.999 9$,平均回收率为 99.17%,RSD 值 0.69%,本方法简便、快速、准确,可作为本品的含量测定方法。

作者简介:周桂坤,女,副主任药师。学科及研究方向:临床药学研究。联系电话:13521951197。

葡萄糖苷

作者: [Xing Jun-bo](#), [邢俊波](#), [曹红](#), [陈玉敏](#), [水彩虹](#), [刘成红](#), [王朝红](#)
作者单位: [Xing Jun-bo](#), [邢俊波](#), [曹红](#), [陈玉敏](#), [水彩虹](#), [王朝红](#) (总后卫生部药品仪器检验所, 北京, 100071), [刘成红](#) (公安部物证鉴定所, 北京, 100038)
刊名: [中国药品标准](#)
英文刊名: [DRUG STANDARDS OF CHINA](#)
年, 卷(期): 2009, 10(1)
被引用次数: 1次

参考文献(2条)

1. [刘振丽](#); [宋志前](#) [不同地区制何首乌中二苯乙烯苷含量测定及稳定性考察](#)[期刊论文]-[中成药](#) 2002(09)
2. [饶高雄](#); [解奉江](#); [王文静](#) [云南不同产地何首乌中二苯乙烯苷的HPLC测定](#)[期刊论文]-[云南中医学院学报](#) 2004(03)

引证文献(2条)

1. [曾可](#). [李小曲](#). [何锦容](#). [汪霞](#) [反相高效液相色谱法测定芪蛭胶囊中2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷的含量](#)[期刊论文]-[中南药学](#) 2010(12)
2. [曾可](#). [李小曲](#). [何锦容](#). [汪霞](#) [反相高效液相色谱法测定芪蛭胶囊中2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷的含量](#)[期刊论文]-[中南药学](#) 2010(12)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgypbz200901014.aspx