

HPLC法测定麦味地黄丸中毛蕊花糖苷的含量

李文斌*(惠州市第一妇幼保健院,广东惠州 516007)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2014)28-2665-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2014.28.25

摘要 目的:建立测定麦味地黄丸中毛蕊花糖苷含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为 Diamonsil C₁₈,流动相为乙腈-0.1%醋酸溶液(16:84,V/V),流速为1.0 ml/min,柱温为30℃,检测波长为334 nm,进样量为10 μl。结果:毛蕊花糖苷检测质量浓度在5~100 μg/ml范围内与其峰面积积分值呈良好的线性关系($r=0.9999$);精密性、稳定性、重复性试验的RSD≤1.21%;平均加样回收率为99.57%,RSD=1.09%($n=9$)。结论:该法简便、准确、灵敏度高、重复性好,适用于测定麦味地黄丸中毛蕊花糖苷的含量。

关键词 麦味地黄丸;毛蕊花糖苷;高效液相色谱法;含量测定

Content Determination of Verbascoside in Maiwei Dihuang Pills by HPLC

LI Wen-bin(Huizhou First Maternal and Child Health Care Hospital, Guangdong Huizhou 516007, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the content determination of verbascoside in Maiwei dihuang pills. METHODS: HPLC method was adopted. The determination was performed on Diamonsil C₁₈ column with mobile phase consisted of acetonitrile-0.1% ethylic acid solution (16:84, V/V) at the flow rate of 1.0 ml/min. The column temperature was 30 °C, and detection wavelength was set at 334 nm. The sample size was 10 μl. RESULTS: The linear range of verbascoside was 5-100 μg/ml ($r=0.9999$) with an average recovery of 99.57% (RSD=1.09%, $n=9$). RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 1.21%. CONCLUSIONS: The method is simple, accurate, sensitive and reproducible, which can be used for the content determination of verbascoside acid in Maiwei dihuang pills.

KEYWORDS Maiwei dihuang pills; Verbascoside; HPLC; Content determination

麦味地黄丸系中药成方制剂,由麦冬、五味子、熟地黄、山茱萸、牡丹皮、山药、茯苓和泽泻8味中药组成,具有滋阴养肺的功效,用于治疗肺肾阴亏、潮热盗汗、咽干咳血、眩晕耳鸣、腰膝酸软及消渴等证。该制剂的基础研究扎实,现已有工艺与质量标准的基础研究,但对其化学成分的研究则相对缺乏。全方选药精当,力有所专,补破均衡,配伍严谨。其中,熟地黄性甘、苦,归心、肝、肾经,有清热凉血、养阴生津之功,可用于热入营血、温毒发斑、吐血、热病伤阴、舌绛烦渴、津伤便秘、阴虚发热、骨蒸劳热、内热消渴等^[1-4]。目前,虽有麦味地黄

丸临床疗效相关的研究报道^[5-7],但尚未有对该制剂药味熟地黄中毛蕊花糖苷进行含量研究的报道。为了进一步完善麦味地黄丸的质量标准,更好地控制该制剂的质量,笔者建立了测定麦味地黄丸中毛蕊花糖苷含量的方法。

1 材料

1.1 仪器

P680A型高效液相色谱(HPLC)仪,包含SCL-6B系统控制仪、LC-9A泵、SIL-6B自动进样器、C-R4A数据处理机等(美国Dionex公司);UV-2450型紫外-可见分光光度计(日本岛津

控,从而弥补药师人力不足,让药师集中精力重点监控需要人工干预的适应证不适宜、遴选药品不适宜处方等方面。

5 结语

两年多来的干预实践表明,实施社区卫生服务机构处方集中点评是一项有效尝试,对于促进整个区域内的基层处方点评工作的顺利开展,推动区域内基层合理用药水平的整体提高有着重要的示范作用。此项工作目前还存在诸多不足,有待进一步改进和完善。随着该工作模式的不断成熟,今后有望推广到北京市所有300多所社区卫生服务机构,从而促进北京基层医疗卫生机构整体用药水平的持续改进和提高。

参考文献

[1] 刘利群,卢祖洵,张新平,等.城市社区卫生服务机构合理

用药情况分析[J].中国卫生经济,2009,28(4):45.

[2] 古今,蔡乐,张方.医务工作者对外方点评工作认知的调查分析[J].中国药房,2012,23(12):1077.

[3] 卫生部.处方管理办法[S].2007.

[4] WHO/INRUD专家组.合理用药国际网络通讯:中国年鉴[M].唐镜波,译.北京:中国科学技术出版社,1998:29.

[5] 卫生部.卫生部办公厅关于做好全国抗菌药物临床应用专项整治活动的通知[S].2011.

[6] Tomson G. Pilot study of drug use indicators in Sweden [J]. *Inruder News*, 1992,3(1):3.

[7] 卫生部,国家中医药管理局,总后卫生部.抗菌药物临床应用指导原则[S].2004.

(收稿日期:2014-03-31 修回日期:2014-06-15)

*副主任药师。研究方向:医院药学。E-mail: dyfyyjk@163.com

公司);BP110S型电子天平(德国Sartorius公司);RC806型溶出试验仪(天津市天大天发科技有限公司)。

1.2 药品与试剂

毛蕊花糖苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号:111530-200303,质量分数:99.2%);麦味地黄丸(北京某厂,批号:111026、111208、120219,规格:9 g/丸);麦冬、五味子、熟地黄、山茱萸、牡丹皮、山药、茯苓和泽泻药材(均购自广州市同健医药连锁有限公司);乙腈(色谱纯,瑞典欧普森公司);其他试剂均为分析纯,水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[8-10]

色谱柱:Diamonsil C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);流动相:乙腈-0.1%醋酸溶液(16:84, V/V);流速:1.0 ml/min;检测波长:334 nm;柱温:30 °C;进样量:10 μl。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取毛蕊花糖苷对照品适量,加50%甲醇制成每1 ml含10 μg的溶液,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品适量,研碎,过6号筛,取约1 g,精密称定,置于棕色容量瓶中,精密加入50%甲醇50 ml,称定质量,浸泡30 min,超声(功率:50 W,频率:40 kHz)处理60 min,放至室温,再称定质量,用50%甲醇补足减失的质量,摇匀,以5 mm离心半径、4 500 r/min转速离心10 min,取上清液用0.45 μm微孔滤膜滤过,即得。

2.2.3 阴性对照溶液的制备 取处方中除熟地黄外的其余药味,按麦味地黄丸的制法制备不含熟地黄的阴性对照制剂,按“2.2.2”项下方法制备阴性对照溶液。

2.3 阴性干扰试验

取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各适量,按“2.1”项下色谱条件进样,记录色谱,详见图1。由图1可见,毛蕊花糖苷峰相应的位置未见其他的干扰峰出现。

2.4 线性关系考察

精密称取毛蕊花糖苷对照品适量,分别稀释制成每1 ml含毛蕊花糖苷5、10、20、50、80、100 μg的系列溶液。精密吸取上述系列溶液各10 μl,注入HPLC仪,按“2.1”项下色谱条件分别进样测定,记录色谱。以毛蕊花糖苷质量浓度(x, μg/ml)为横坐标,峰面积(y)为纵坐标,进行线性回归分析,得回归方程 $y=50\ 986x-543\ 497$ ($r=0.999\ 9$)。结果表明,毛蕊花糖苷检测质量浓度在5~100 μg/ml范围内与其峰面积积分值呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验

精密吸取“2.2.1”项下对照品溶液适量,按照“2.1”项下的色谱条件重复进样6次,测定峰面积。结果,毛蕊花糖苷峰面积的RSD=0.87%,表明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验

取“2.2.2”项下供试品溶液(批号:111026)适量,分别于放置0、4、8、12、20、24 h时精密吸取10 μl,注入HPLC仪,按“2.1”项下色谱条件进样测定峰面积。结果,毛蕊花糖苷峰面积的RSD=1.06%,表明供试品溶液在24 h内质量稳定。

2.7 重复性试验

取样品(批号:111026)适量,共6份,分别按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,并按“2.1”项下色谱条件进样测定毛蕊花糖苷的峰面积并计算含量。结果,毛蕊花糖苷含量的RSD=1.21%,表明该方法的重复性良好。

2.8 加样回收率试验

精密移取已知质量浓度(11.24 μg/ml)的供试品溶液(批

号:111026)9份,每份2 ml,分别精密加入低、中、高不同量的对照品(质量浓度为10 μg/ml),按“2.1”项下色谱条件进样10 μl进行测定并计算加样回收率,结果见表1。

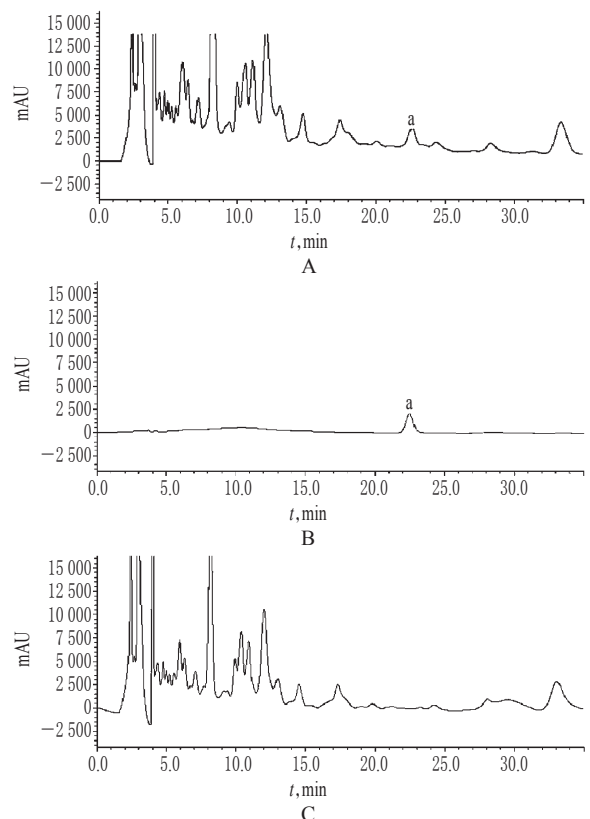


图1 高效液相色谱图

A.供试品;B.对照品;C.阴性对照;a.毛蕊花糖苷

Fig 1 HPLC chromatograms

A. test samples; B. substance control; C. negative control; a. verbas-coside

表1 加样回收率试验结果(n=9)

Tab 1 Results of recovery test(n=9)

编号	所含量, μg	加入量, μg	测得量, μg	加样回收率, %	平均加样回收率, %	RSD, %
1	22.48	16.0	37.50	97.46		
2	22.48	16.0	38.63	100.38		
3	22.48	16.0	37.99	98.74		
4	22.48	20.0	43.00	101.22		
5	22.48	20.0	42.30	99.57	99.57	1.09
6	22.48	20.0	42.02	98.93		
7	22.48	24.0	46.34	99.71		
8	22.48	24.0	46.60	100.26		
9	22.48	24.0	46.43	99.89		

2.9 样品含量测定

分别取麦味地黄丸3批各适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,并按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱,计算含量。结果,批号为111026、111208、120219的平均含量分别为7.57、8.01、7.84 mg/丸。

3 讨论

3.1 本研究的价值

熟地黄中所含的毛蕊花糖苷为其主要成分,为了进一步完善麦味地黄丸的质量标准,从整体角度上研究麦味地黄丸,

HPLC法同时测定水杨酸复合洗剂中苯甲酸和水杨酸的含量

郭旭光*(河南省食品药品检验所, 郑州 450003)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2014)28-2667-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2014.28.26

摘要 目的:建立同时测定水杨酸复合洗剂中苯甲酸和水杨酸含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为Agela C₁₈,流动相为0.1 mol/L磷酸盐缓冲液(冰醋酸调pH为6.0)-甲醇(75:25, V/V),流速为1.0 ml/min,检测波长为270 nm,柱温为40 ℃,进样量为10 μl。结果:苯甲酸和水杨酸的检测质量浓度分别在42.48~382.32、41.16~370.44 μg/ml范围内与各自峰面积积分值呈良好的线性关系($r=0.999\ 9$, $r=0.999\ 8$);精密性、稳定性、重复性试验的RSD≤0.78%;平均加样回收率分别为100.2%、100.6%,RSD分别为0.6%、0.5%($n=9$)。结论:该方法准确、快速,操作简便,专属性强,重复性好,可用于水杨酸复合洗剂中苯甲酸和水杨酸的含量测定。

关键词 高效液相色谱法;水杨酸复合洗剂;苯甲酸;水杨酸;含量测定

Simultaneous Determination of Benzoic Acid and Salicylic Acid in Salicylic Acid Complex Lotion by HPLC GUO Xu-guang(Henan Provincial Institute for Food and Drug Control, Zhengzhou 450003, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the method for simultaneous determination of benzoic acid and salicylic acid in Salicylic acid complex lotion. METHODS: HPLC method was adopted. The determination was performed on Agela C₁₈ column with mobile phase composed of 0.1 mol/L phosphate buffer (pH adjusted to 6.0 using glacial acetic acid)-methanol (75:25, V/V) at the flow rate of 1.0 ml/min. The detection wavelength was set at 270 nm, and column temperature was 40 ℃. The injection volume was 10 μl. RESULTS: The linear ranges were 42.48-382.32 μg/ml for benzoic acid ($r=0.999\ 9$) and 41.16-370.44 μg/ml for salicylic acid ($r=0.999\ 8$). RSDs of precision, stability, repeatability test were less than 0.78%. The average recoveries were 100.2% (RSD=0.6%, $n=9$) and 100.6% (RSD=0.5%, $n=9$). CONCLUSIONS: The developed method is simple, accurate, reliable and specific, and can be used for the content determination of benzoic acid and salicylic acid in Salicylic acid complex lotion.

KEYWORDS HPLC; Salicylic acid complex lotion; Benzoic acid; Salicylic acid; Content determination

本试验建立了HPLC法测定麦味地黄丸中熟地黄所含毛蕊花糖苷含量的方法,以为中成药制剂中熟地黄的质量控制提供可靠的依据。

3.2 流动相的选择

本试验先以乙腈-磷酸二氢钾为流动相,考察了其不同比例对色谱的影响,发现峰形拖尾均严重,改为在乙腈中加入0.1%醋酸溶液后峰形明显改善,提高了灵敏度和精密性。方法学验证表明,其精密性、稳定性、回收率和重复性均能满足定量分析的要求。国内目前检测毛蕊花糖苷含量的试验均存在峰拖尾和保留时间长等现象,不利于快速、准确测定。本试验采用乙腈-0.1%醋酸溶液(16:84, V/V)作为流动相,峰形对称、保留时间短、灵敏度高,可为相关制剂中毛蕊花糖苷的含量测定提供一种新方法。

3.3 检测波长的选择

本试验利用二极管阵列检测器在200~400 nm波长范围内扫描其吸收光谱,发现在334 nm波长处有最大吸收,灵敏度高、干扰较少,故以334 nm作为毛蕊花糖苷的检测波长。

综上所述,本法简便、准确、灵敏度高、重复性好,适用于测定麦味地黄丸中毛蕊花糖苷的含量。

参考文献

[1] 朱妍,徐畅.熟地黄活性成分药理作用研究进展[J].亚太

传统医药,2011,7(11):173.

- [2] 夏庆华,路千里.熟地黄药理研究进展[J].江西中医学院学报,2008,20(6):96.
- [3] 崔豪,冯静,崔瑛,等.熟地黄及其多糖中枢抑制作用研究[J].河南中医学院学报,2006,21(6):18.
- [4] 吴金环,顾红岩,喇孝瑾,等.地黄与熟地黄对糖尿病小鼠血糖血脂的影响[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(8):161.
- [5] 张晓华,刘海平.麦味地黄丸治疗慢阻肺病合并肺心病30例[J].四川中医,2002,20(1):49.
- [6] 应瑞英,吕建勋.胸腺肽与麦味地黄丸治疗儿童哮喘80例[J].河南医科大学学报,2000,35(2):141.
- [7] 赵顺利.麦味地黄丸加味治疗阴虚盗汗1例[J].现代中西医结合杂志,2010,19(33):4252.
- [8] 尹明,牟娟,肖华芬,等.HPLC法测定蜜桶花颗粒中毛蕊花糖苷的含量[J].中药新药与临床药理,2008,19(6):485.
- [9] 陈天朝,翟来超.HPLC同时测定地黄中梓醇与毛蕊花糖苷的含量[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(5):105.
- [10] 王隶书,王友联,李明洋,等.HPLC测定市售车前子中毛蕊花糖苷的含量[J].中国药师,2011,14(11):1581.

(收稿日期:2013-09-18 修回日期:2014-06-12)

*主管药师,硕士。研究方向:食品药品质量控制。电话:0371-63388290。E-mail:gxg0371@126.com