

高效液相色谱法测定治痢灵片中丹酚酸B的含量

姜翔之¹, 陈英红^{2*}, 罗浩铭²

(1. 吉林大学中日联谊医院药剂科, 吉林 长春 130000;

2. 吉林省中医药科学院, 吉林 长春 130021)

[摘要] 目的: 建立治痢灵片中丹酚酸B含量的高效液相色谱测定方法。方法: 色谱柱: Diamonsil C₁₈, 流动相为甲醇-乙腈-甲酸-水(30:10:1:59)。结果: 丹酚酸B的线性范围为(0.64~6.40) μg, $r = 0.999\ 9$, 回收率为98.65%, RSD为0.81% ($n = 5$)。结论: 本法操作简便, 结果准确。

[关键词] 治痢灵片; 丹酚酸B; 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)05-0027-02

治痢灵片是由苯巴比妥、丹参浸膏、黄花败酱、溴化钠等9味药物组成的中西药复方制剂, 现在质量控制中已对所含西药苯巴比妥和溴化钠进行了含量测定, 为了更好的控制该制剂的质量, 采用HPLC法测定本方中主要药味丹参中丹酚酸B的含量^[1], 本方法的重现性、准确性均较好, 可作为控制该产品质量的方法。

1 仪器与试药

LC-2010 高效液相色谱仪; SPD-M10A_{vp} 二极管阵列检测器; CLASS-VP 工作站(日本岛津)。

丹酚酸B对照品(批号: 111562-200302)(中国药品生物制品检定所); 治痢灵片和阴性对照样品(吉林中研制药有限公司); 甲醇、乙腈均为色谱纯, 其它试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 甲醇-乙腈-甲酸-水(30:10:15:9)为流动相; 检测波长为286 nm。理论板数按丹酚酸B峰计算应不低于3 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取丹酚酸B对照品适量, 加75%甲醇制成每1 mL含0.32 mg的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品20片, 精密称定, 研细, 取粉末约1.5 g, 精密称定, 置50 mL量瓶中, 加入75%甲醇40 mL, 超声30 min, 放冷, 用75%甲

醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 线性关系考察 分别精密吸取上述对照品溶液2, 4, 8, 12, 16, 20 μL注入液相色谱仪测定, 以进样量(μg)对峰面积绘制标准曲线。丹酚酸B回归方程为 $Y = 3.69 \times 10^4 X + 5.56 \times 10^5$ ($r = 0.999\ 9$)。结果表明, 在上述色谱条件下, 进样量在(0.64~6.40) μg范围内, 峰面积与浓度成良好的线性关系, 符合外标法定量测定的要求。

2.5 阴性对照试验 取丹参阴性样品按2.1.3操作制得阴性供试品, 用与样品相同的条件测定, 阴性试验在丹酚酸B出峰的位置无干扰峰。

2.6 精密度试验 精密吸取同一批号样品溶液20 μL, 重复5次进样, 峰面积平均值为640 801, 其RSD为0.77%, 表明精密度良好。

2.7 重复性试验 取同一批号样品5份, 分别按供试品溶液制备法制备, 测定其丹酚酸B峰面积值, 其结果样品中丹酚酸B均含量为0.877 mg·g⁻¹, 其RSD为0.45%。结果表明有良好的重复性。

2.8 回收率试验 取已知含量的供试品(含丹酚酸B 0.877 mg·g⁻¹) 5份。分别精密加入丹酚酸B对照品溶液适量, 按含量测定方法操作制备供试品溶液, 并按上述色谱条件测定, 计算回收率。结果测得的平均回收率为98.65%, RSD为0.81% ($n = 5$)。结果表明回收率较好, 准确度较高。

2.9 样品含量测定 取3批样品制备供试品溶液在选定的色谱条件下进样, 外标法计算丹酚酸B的含量, 结果3批样品丹酚酸B含量分别为0.858 mg·g⁻¹ (批号: 040801), 0.876 mg·g⁻¹ (批号: 040802),

[收稿日期] 2007-09-24

[通讯作者] * 陈英红, Tel: (0431) 86816839

复方天麻胶囊定性定量方法的研究

兰燕宇, 李勇军, 何 迅, 王爱民, 王永林*

(贵阳医学院, 贵州 贵阳 550004)

【摘要】 目的:建立复方天麻胶囊的定性定量方法。方法:采用薄层色谱法鉴别制剂中的五味子和麦冬,采用高效液相色谱法测定天麻中天麻素的含量。结果:在薄层色谱中五味子和麦冬能得到很好的鉴别;天麻素在(0.121~1.93) μg 线性关系良好,平均回收率为99.2%,RSD为2.0%($n=9$)。结论:该方法准确、简便、重复性好,可用于复方天麻胶囊的质量控制。

【关键词】 复方天麻胶囊;薄层色谱;高效液相色谱法;天麻素

【中图分类号】 R284.1 【文献标识码】 B 【文章编号】 1005-9903(2008)05-0028-03

Study on Qualitative and Quantitative Methods of Fufangtianma Capsule

LAN Yan-yu, LI Yong-jun, HE Xun, WANG Ai-min, WANG Yong-lin*

(School of Pharmacy, Guiyang Medical College, Guiyang 550004, China)

【Abstract】 **Objective:** To establish the methods of qualitative and quantitative for Fufangtianma Capsule. **Methods:** Fructus Schisandrae Chinensis, Radix Ophiopogonis were identified by TLC, and the content of Gastrodin in the preparation was determined by HPLC. **Results:** Fructus Schisandrae Chinensis, Radix Ophiopogonis could be identified well by TLC. The regression curve of gastrodin showed a good linear relationship in the range of (0.121~1.93) μg . The average recovery was 99.2%, RSD was 2.0%. **Conclusion:** The method is accurate, simple and has good repeatability. It can be used for quality control of Fufangtianma capsule.

【Key words】 Fufangtianma Capsule; TLC; HPLC; gastrodin

复方天麻胶囊由天麻、五味子、麦冬3味药组成,用于失眠健忘,神经衰弱,以及高血压引起的头昏头痛^[1]。为了提高药品质量,笔者对其生产工艺和质量标准进行了研究,将其制备成胶囊剂,完善提高了该药的质量标准,增加了五味子、麦冬的薄层色

谱鉴别和天麻素的含量测定。该方法准确、简便、重复性好,可用于该制剂的质量控制。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪系统(岛津 LC-10Avp),包含2台 LC-10ATvp 泵,SPD-10Avp 检测器,7725i 手动进样阀;WML 色谱工作站(广西威玛龙色谱科技公司);REPROSTAR3 薄层色谱成像系统(瑞士)。复方天麻胶囊(贵阳医学院药物研究开发中心提供,批号:

【收稿日期】 2007-09-17

【通讯作者】 *王永林, Tel: (0851) 6908899

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, 2005. 52.

0.864 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (批号: 040803)。

3 讨论

该制剂中丹参为方中主药,我们根据参考文献并通过实验,拟定了该制剂中用 HPLC 测定丹参中丹酚酸 B 的方法。结果表明,阴性无干扰,专属性

高效液相色谱法测定治痢灵片中丹酚酸B的含量

作者：[姜翔之](#)，[陈英红](#)，[罗浩铭](#)
作者单位：[姜翔之\(吉林大学中日联谊医院药剂科, 吉林, 长春, 130000\)](#)，[陈英红, 罗浩铭\(吉林省中医药科学院, 吉林, 长春, 130021\)](#)
刊名：[中国实验方剂学杂志](#)[ISTIC](#)[PKU](#)
英文刊名：[CHINESE JOURNAL OF EXPERIMENTAL TRADITIONAL MEDICAL FORMULAE](#)
年，卷(期)：[2008, 14\(5\)](#)
被引用次数：[1次](#)

参考文献(1条)

1. [国家药典委员会](#) [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005

本文读者也读过(10条)

1. [李莉](#), [王宏志](#), [周水平](#), [马洁](#) [HPLC法测定首乌丹参滴丸中丹酚酸B含量](#)[期刊论文]-[天津药学](#)2009, 21(2)
2. [刘志东](#), [刘睿](#), [高国义](#) [丹酚酸B渗透泵控释片的制备](#)[会议论文]-2009
3. [李宁](#), [徐文进](#), [高崇凯](#), [LI Ning](#), [XU Wen-jin](#), [GAO Chong-kai](#) [HPLC法测定丹参酚酸渗透泵片中丹酚酸B的含量](#)[期刊论文]-[广东药学院学报](#)2008, 24(5)
4. [刘文丽](#), [LIU Wen-li](#) [HPLC法测定舒心宁片中丹酚酸B的含量](#)[期刊论文]-[安徽医药](#)2008, 12(10)
5. [蒋珍藕](#), [兰宝强](#), [邱宏聪](#), [李茂](#), [JIANG Zhen-ou](#), [LAN Bao-qiang](#), [QIU Hong-cong](#), [LI Mao](#) [HPLC法测定精制冠心病片中丹酚酸B的含量](#)[期刊论文]-[中医药导报](#)2011, 17(1)
6. [肖霞](#), [王凤云](#), [符惠燕](#), [XIAO Fengxia](#), [Wang Fengyun](#), [FU Huiyan](#) [高效液相色谱法测定益心片中阿魏酸和丹酚酸B的含量](#)[期刊论文]-[广州中医药大学学报](#)2005, 22(4)
7. [周晓英](#), [程龙琼](#), [罗霄](#) [益视片中丹酚酸B的含量测定](#)[期刊论文]-[中国药业](#)2008, 17(11)
8. [孙裕](#), [王莲萍](#), [杨玉华](#) [HPLC法测定天王补心丸\(浓缩丸\)中丹酚酸B的含量](#)[期刊论文]-[卫生职业教育](#)2010, 28(22)
9. [刘天柱](#), [钟鸣](#) [舒心通脉片中丹酚酸B的含量测定](#)[期刊论文]-[中国医药导报](#)2008, 5(22)
10. [王凤美](#), [李磊](#), [沈金灿](#), [王小如](#), [黎先春](#), [WANG Feng-Mei](#), [LI Lei](#), [SHEN Jin-can](#), [WANG Xiao-ru](#), [LI Xian-chun](#) [高效液相色谱-荧光检测法测定丹酚酸B的含量研究](#)[期刊论文]-[中医药学刊](#)2005, 23(5)

引证文献(1条)

1. [张淑玲](#), [陆军](#), [沙玫](#), [夏超](#) [HPLC法测定和丹舒胶囊中丹酚酸B的含量](#)[期刊论文]-[福建中医学院学报](#) 2009(3)

本文链接：http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgsyfjxzz200805010.aspx