

木凤胶囊中齐墩果酸的含量

刘海英,郭丽红,王秀琴(北京军区药检所,北京 100071)

摘要:目的 建立木凤胶囊中齐墩果酸的含量测定方法。方法 高效液相色谱法(HPLC),流动相为甲醇-0.4%磷酸溶液(90:10);检测波长为210 nm;柱温40℃。结果 齐墩果酸线性范围为50.2~351.4 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ($r=0.9999$),平均回收率98.32%,RSD%为1.1% ($n=9$)。结论 方法可靠、简单可行,为控制木凤胶囊的质量提供了科学依据。

关键词:木凤胶囊;齐墩果酸;高效液相色谱法

中图分类号:R917.101 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2007)07-0626-0

Content Determination of Oleanolic Acid in Mufeng Capsules by HPLC

LIU Hai-ying, GUO Li-hong, WANG Xiu-qin (Institute for Drug and Instrument Control, United Logistics Department of Beijing Command, PLA, Beijing 100071, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To set up a method for determining oleanolic acid in Mufeng capsules. **METHODS** HPLC, mobile phase: methanol-0.4% H_3PO_4 solution(90:10), detection wavelength: 210 nm. **RESULTS** The standard curve was linear in the range of 50.2~351.4 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$. The average recovery and RSD% were 98.32% and 1.1%. **CONCLUSION** This method is accurate, reliable and provide a scientific index for controlling the qualities of Mufeng capsules.

KEY WORDS: Mufeng capsules; oleanolic acid; HPLC

木凤胶囊为非标准自制制剂,由木瓜及威灵仙两味中药组成。本品具有祛风散寒,活络止痛,和胃化湿等作用。对湿痹拘挛,类风湿性关节炎,退行性腰肌劳损有较好疗效。木瓜和威灵仙中都含有齐墩果酸^[1],为了确保药品质量使临床疗效稳定可靠,笔者以高效液相色谱法(HPLC)测定了齐墩果酸的含量^[2-3],为控制其内在质量提供了科学依据。本方法操作简便、快捷,稳定性好,测定结果准确、可靠。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent1100 高效液相色谱仪(美国 Agilent公司), R200D沙多利斯电子分析天平;KQ-250B超声波清洗器。

1.2 试剂

齐墩果酸对照品(批号:0709-9803,购自中国药品生物制品检定所);甲醇(色谱纯)、磷酸(分析纯);木凤胶囊三批(解放军第66400部队医院提供,批号:20041025,20050408,20051101)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备

精密称取齐墩果酸对照品25.10 mg,置50 mL量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度。摇匀,作为储备液。精密量取储备液3 mL,置10 mL量瓶中,加流动相稀释至刻度。摇匀,作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备

取装量差异项下的内容物,混匀,取1 g,精密称定,置25 mL量瓶中,加流动相约20 mL,超声处理30 min,放冷,加流动相至刻度,摇匀,静置,取上清液,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取滤液作为供试品溶液。

2.3 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱:Waters XTerra™ RP18柱(3.9 mm×150 mm,5 μm);流动相:甲醇-0.4%磷酸溶液(90:10);流速:1.0 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$;检测波长:210 nm;柱温:40℃;进样量:10 μL 。

木凤胶囊的高效液相分离图谱及齐墩果酸对照品保留时间的确定。分别取溶剂、对照品溶液和供试品溶液(批号:20051101)各10 μL ,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,测得

的分离色谱图如图 1 显示。结果表明,齐墩果酸与其他成分分离良好,不干扰测定,测得理论塔板数按齐墩果酸峰计算不低于 2500,齐墩果酸峰与相邻峰的分度大于 1.5 符合要求。

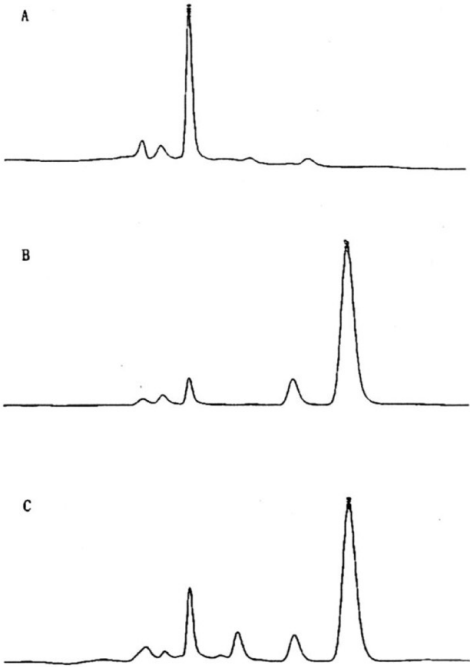


图 1 高效液相色谱图
A. 溶剂; B 对照品; C. 供试品

Fig 1 HPLC Chromatograms

2.4 最低检测限试验

精密吸取齐墩果酸对照品浓溶液 3.0 mL,置 50 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密吸取 1.0 mL,置 25 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,取 10 μ L 注入液相色谱仪,记录色谱图,使齐墩果酸峰高为仪器响应噪声的 3 倍高,测得齐墩果酸的最低检出量约为 12 ng。

2.5 线性关系考察

精密吸取对照品储备液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0 mL 分别置 10 mL 量瓶中,各加流动相稀释至刻度,摇匀,作为标准溶液。照上述色谱条件测定,记录色谱图,以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,进行回归处理。得齐墩果酸回归方程: $S = 4.51066C + 8.5029$, $r = 0.9999$, $n = 7$,表明齐墩果酸在 50.2~351.4 μ g $\cdot$ mL⁻¹ 的浓度范围内线性关系良好。

2.6 回收率试验

采用加样回收试验法。精密称取已测定过齐墩果酸含量的供试品(批号 20051101)6 份,分别精密加入齐墩果酸适量,按供试品溶液制备及上述色谱条件操作,依法制备、进样、记录色谱图、计算回收率,结果见表 1。

2.7 稳定性试验

取供试品溶液(批号为 20051101),照上述色谱条件,分别在 0, 2, 4, 6, 8, 12 h 依法测定,记录峰面积,结果峰面积的 RSD% = 0.73% ($n = 6$)。表明在 12 h 内基本稳定。

表 1 加样回收率测定结果 ($n = 6$)

Tab 1 Results of recovery test($n = 6$)

供试品 的量 /g	含齐墩 果酸的 量 /mg	加入齐 墩果酸 的量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	X /%	RSD /%
0.9697	0.3491	0.2810	0.6261	98.58	98.32	1.1
0.9653	0.3475	0.2821	0.6207	96.85		
0.9700	0.3492	0.3512	0.6998	99.83		
0.9728	0.3502	0.3514	0.6935	97.69		
0.9783	0.3522	0.4218	0.7656	98.01		
0.9739	0.3506	0.4201	0.7663	98.95		

2.8 精密度试验

取对照品溶液,按上述色谱条件重复进样 6 次,峰面积的 RSD% = 0.85% ($n = 6$)。

2.9 重复性试验

取供试品溶液(批号为 20051101),按上述色谱条件重复测定 6 份,以外标法计算含量,结果齐墩果酸平均含量为 0.36 mg, RSD% = 1.57% ($n = 6$)。

2.10 供试品含量测定

精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μ L,按上述色谱条件测定,以外标法计算供试品中齐墩果酸的含量,共测定 3 批供试品。结果见表 2。

表 2 供试品含量测定结果 ($n = 3$)

Tab 2 Results of sample assay($n = 3$)

批号	测得含量 /mg $\cdot$ g ⁻¹	RSD /%
20041025	0.37	1.32
20050408	0.37	1.21
20051101	0.36	1.57

3 讨论

3.1 测定溶剂的选择

由于本品从配制起到室温放置 12 h 内测定同一浓度溶液的峰面积, RSD% = 0.73% ($n = 6$),表明所选溶剂可行。

3.2 方法适用性

本法色谱条件与系统,能较好的将木风胶囊中齐墩果酸与其他成分完全分离,说明本法能准确地测定木风胶囊中齐墩果酸的含量,结果稳定、重复性好。

参考文献

[1] 阴健. 中药现代研究与临床应用 (2) [M]. 北京: 中医古籍出版社, 1995: 46, 268.
[2] 谭永红, 姜云平. 高效液相色谱法测定胃炎停胶囊中齐墩果酸、熊果酸的含量 [J]. 中国医院药学杂志, 2004, 24(2): 71-72.
[3] 徐天玲, 谢云. 高效液相色谱法测定肝肾康胶囊中齐墩果酸的含量 [J]. 江西中医学院学报, 2003, 15(4): 51-52.

收稿日期: 2006-07-12