

益母丸中盐酸水苏碱成分分析方法的建立

杨晓云¹, 雪涛¹, 张云丽² (1. 青岛市药品检验所, 山东 青岛 266071; 2. 青岛市海慈医疗集团, 山东 青岛 266071)

摘要:目的 建立了测定益母丸中盐酸水苏碱含量的方法。方法 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 乙腈-水 (80:20) 为流动相; 检测波长为 192 nm。结果 盐酸水苏碱在 4.464 ~ 31.248 μg 呈良好的线性关系, 回归方程: $Y = 429.322X - 96.9717$, $r = 0.9999$ ($n = 7$), 平均回收率 98.24% 以上。结论 可用于益母丸的质量控制。

关键词: 益母丸; 盐酸水苏碱; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.78 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2008)01-0069-03

Establishment a Way of Stachydrine Hydrochloride Component Analysis in Yimu Pill

YANG Xiao-yun¹, YI Xue-tao¹, ZHANG Yun-li² (1. Drug Testing by the Qingdao City, Qingdao 266071, China; 2. Qingdao City Medical Group-chee, Qingdao 266071, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE Establishment a way of stachydrine hydrochloride component analysis in Yimu pill. **METHODS** Filler is 18 alkyl silane bonded silica. Acetonitrile-water (80:20) as the mobile phase. The detection wavelength was 192 nm. **RESULTS** Stachydrine hydrochloride in 4.464 to 31.248 mg showed a good linear relationship. The regression equation $Y = 429.322X - 96.9717$, $r = 0.9999$ ($n = 7$). The average recovery 98%. **CONCLUSION** For Yimu pill quality control.

KEY WORDS: Yimu pill; stachydrine hydrochloride; HPLC

益母丸由四味中药组成,其主要药味为益母草、当归、川芎、木香等,原标准没有含量测定一项,难以控制其质量。为了更好地控制益母丸的质量,经过多次反复实验,选择本实验确定的分析方法来测定益母草中盐酸水苏碱的含量作为质量控制指标之一。同时对全国生产的该品种药品的含量进行了比较。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:安捷伦 1100;乙腈为色谱纯;其他试剂为分析纯;盐酸水苏碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号:712-200105);益母丸(全国十五个厂家生产的样品)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备

取盐酸水苏碱对照品适量,精密称定,置量瓶中,加乙醇制成每 1 mL 含 44.6 μg 的溶液,即得。

作者简介:杨晓云,女,副主任药师

Tel: (0532) 85735184

E-mail: qdyangxiaoyun@163.com

2.2 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,精密加入乙醇 25 mL,称重,加热回流提取 30 min,取出,补足重量,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得^[1]。

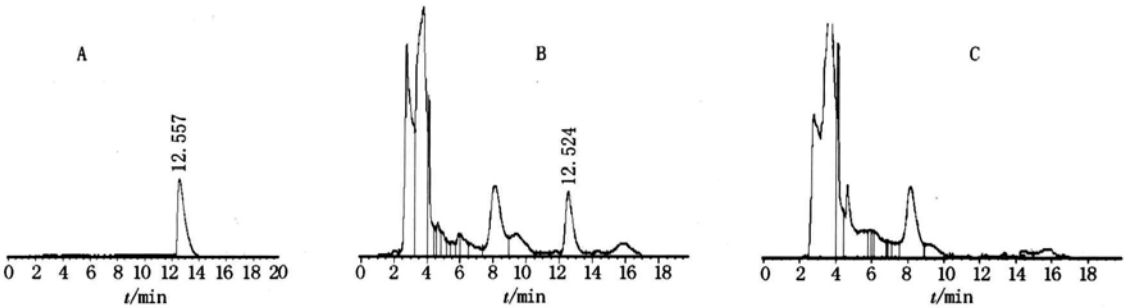


图 1 高效液相色谱
A - 对照品图谱; B - 样品图谱; C - 空白图谱
Fig 1 HPLC chromatograms
A - standard; B - sample; C - blank

2.4 色谱条件

色谱柱:用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 4.6 mm × 250 mm (瑞典 Kromasil ODS C₁₈ 5 μm);以乙腈-水(80:20)溶液为流动相;检测波长为 192 nm;流速:1 mL·min⁻¹;进样量:10 μL;理论板数按盐酸水苏碱峰计算应不低于 3 000^[2-3]。

2.5 线性关系的考察

将“2.1”项的对照品溶液进行倍比稀释,配成浓度分别为 0.446, 0.892, 1.338, 1.784, 2.23, 2.676, 3.122 μg·mL⁻¹的溶液分别进样,按上述色谱条件测定峰面积积分值,以峰面积积分值为纵坐标、盐酸水苏碱进样量为横坐标,绘制标准曲线,计算回归方程, Y = 429.322X - 96.971 7, r = 0.999 9 (n = 7)结果盐酸水苏碱在 4.464 ~ 31.22 μg呈良好的线性关系。

2.6 最低检测限

以盐酸水苏碱信号强度与噪音比为 3:1计,盐酸水苏碱的最低检测限度为 6 ng。

2.7 方法精密度试验

取供试品溶液,连续进样 6 次,测定盐酸水苏碱峰面积,其 RSD 为 0.21%,精密度良好。

2.8 重复性试验

取供试品(吉林省东丰药业股份有限公司批号:20060201),称取五份,按样品测定方法,依法操作,测定盐酸水苏碱含量,平均含量 56.77 mg/丸, RSD = 0.63%。

2.9 稳定性试验

精密吸取盐酸水苏碱对照品溶液,每隔一定时间进样一次,测得盐酸水苏碱峰面积值, RSD = 0.13%。结果表明,盐酸水苏碱的乙醇溶液 2 d 内稳定。

2.10 回收率试验

采用加样回收法,精密称取已知含量的益母丸(吉林省东丰药业股份有限公司批号:20060201)适量,按三个梯度分

2.3 阴性对照试验

按处方比例及工艺配制缺失母草的益母丸,按供试品溶液的制备方法,制备阴性对照液,依法操作,结果表明,益母丸其他成分对盐酸水苏碱的测定无干扰,结果见图 1。

别精密加入一定量的盐酸水苏碱对照品,按上述条件测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验

Tab 1 Result of recovery test					
样品 /g	样品中盐酸水苏碱的量 /mg	加入盐酸水苏碱的量 /mg	测定结果 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%
0.371	2.29	1.86	4.12	98.39	RSD = 3.0%
0.378	2.36	1.86	4.20	98.92	
0.366	2.27	1.86	4.12	99.46	
0.324	2.11	2.01	4.08	98.01	
0.335	2.08	2.01	4.05	98.01	
0.327	2.03	2.01	3.99	97.51	
0.435	2.87	2.32	5.15	98.28	
0.445	2.76	2.32	5.02	97.41	
0.452	2.80	2.32	5.08	98.27	

2.11 样品的含量测定

按正文拟定的含量测定方法,对 15 家厂,各 3 批样品进行含量测定,结果见表 2。

表 2 样品的含量测定结果

Tab 2 The sample of content determine	
厂家	含量 /mg/丸
1	57.5
2	109.3
3	97.7
4	86.1
5	56.3
6	46.8
7	101.1
8	66.8
9	91.8
10	41.8
11	44.1
12	99.2
13	45.3
14	89.3
15	38.7

(下转第 78 页)

(上接第 70 页)

3 讨论

3.1 提取分离条件的选择

根据其理化性质,考虑到丸剂的特性,参照文献^[1-2]进行,并根据试验结果和益母丸中盐酸水苏碱的提取测定方法来确定提取方法。

3.2 加热回流提取时间的考察

取样品 0.25 g,依法操作,对不同提取时间的提取效果进行考察,结果提取 30 min 即可。见表 3。

表 3 提取时间的考察

Tab 3 The extraction time inspection

时间 /min	含量 /mg/丸
10	53.3
20	64.2
30	90.5
40	91.2

3.3 溶剂用量的考察

取样品 0.5 g,精密称定,用不同体积的乙醇分别回流提

取,依法操作,结果最佳溶剂用量为 25 mL。见表 4。

表 4 溶剂用量的考察

Tab 4 The amount of solvent inspection

溶剂 /mL	含量 /(mg/丸)
10	65.2
20	68.5
25	68.9

REFERENCES

- [1] QI J Z. Determination of Stachydrine hydrochloride in Chanfukang Granules by HPLC[J]. Chin Tradit Pat Med(中成药), 2001, 23 (1) 16-18.
- [2] JIANG S Y. Motherwort herb Stachydrine by HPLC analysis[J]. Chin J Pharm Analysis(药物分析杂志), 2001, 21 (4) 243-247.
- [3] WANG B Q. Proprietary Chinese Medicine Quality Standards and Standard Material Research(中成药质量标准与标准物质研究)[M]. Beijing: China Medicine and Technology Press, 1994: 235.

收稿日期: 2006-09-25