

表1 血府逐瘀胶囊中有效成分的测定结果($n=3$)Table 1 Determination of components
in Xuefuzhuyu Capsule ($n=3$)

批号	苦杏仁苷/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	芍药苷/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	柚皮苷/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
G03056	2.848	5.740	7.020
H03007	2.386	6.072	7.080
H03022	3.102	5.072	6.044
G03025	3.219	5.398	7.169
H03021	2.849	5.007	6.268
H03003	2.346	5.902	7.078

血府逐瘀胶囊是由11味药材组成的复方制剂,所含成分复杂,本研究曾选用不同的溶剂系统,如甲醇-水、乙腈-水、甲醇-1%醋酸水溶液、乙腈-1%醋酸水溶液作为流动相进行试验,首先进行的等度洗脱,但所需检测的几个峰分离不理想,故改用梯度洗脱。经多次试验,反复调整洗脱程序,最终以本研究中的梯度洗脱程序来分离样品,所检测的3个峰均能达到基线分离。

为了尽可能全面反映药材的化学信息,实验对供试品溶液的制备方法进行考察。选择甲醇、70%甲醇、50%甲醇、30%甲醇、水进行提取,结果50%甲醇提取得样品信息量较多,峰面积较大;对于超声时间进行考察,分别考察10、20、30、45、60 min 超声提取,结果30 min 即能提取完全。

对检测器进行了选择,ELSD作为一种通用型

质量检测器,可用于检测不存在紫外吸收或仅在紫外末端具有吸收的样品,ELSD可以很好地支持梯度洗脱,消除流动相比变化对基线产生的影响,尤其适合于用梯度洗脱在一次进样中分析组分复杂的中药成分。本实验中比较了UV检测器与ELSD检测器的色谱图,发现采用ELSD检测器所得图谱基线平稳,3种成分均达到基线分离,且阴性样品无干扰,故选择ELSD检测器。对ELSD参数的进行优化:比较了90、95、100、105、110℃漂移管温度及2.0、2.5、3.0 L/min 气体体积流量,发现漂移管温度为110℃,气流速度为2.5 L/min 时,ELSD响应较好,且基线噪音相对较小。最终确定ELSD最佳检测条件为气体体积流量为2.5 L/min,漂移管温度为110℃。

参考文献:

- [1] 张学文.《医林改错》一书的学习与活血化瘀方药的运用[J]. 天津中医药,2006,23(1):1-6.
- [2] 王桂英,王齐,谢希钧,等. 血府逐瘀胶囊方解及功效[J]. 天津药学,1997,9(1):37.
- [3] 周娟,王颖,伍丕娥,等. 血府逐瘀软胶囊中药材的鉴别及芍药苷的含量测定[J]. 华西药学杂志,2006,21(5):475-477.
- [4] 党林,张宏安,蒙跃龙. HPLC法测定血府逐瘀片中芍药苷的含量[J]. 现代中医药,2006,26(3):60.
- [5] 马连英,于秀华,李长惠. 高效液相色谱法测定血府逐瘀口服液阿魏酸含量[J]. 中国药业,2006,15(16):28.
- [6] 颜耀东,金瑛,周志刚,等. 薄层扫描法测定血府逐瘀丸中齐墩果酸的含量[J]. 中国医院药学杂志,2001,21(12):719-721.

紫外分光光度法测定绞股蓝总苷口腔崩解片中总皂苷

鲁敏,李樱红,龚青

(浙江省食品药品检验所,浙江 杭州 310004)

摘要:目的 建立绞股蓝总苷口腔崩解片中有效成分的测定方法。方法 以人参皂苷 Rb₁ 为对照,采用紫外分光光度法测定绞股蓝总苷中的总皂苷。结果 该方法的线性范围 0.061 62~0.308 1 mg;平均回收率为 97.61%,RSD 为 1.4%($n=9$)。结论 方法可行、重复性好,能有效控制绞股蓝总苷口腔崩解片的质量。

关键词:绞股蓝总苷口腔崩解片;人参皂苷 Rb₁;紫外分光光度

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2009)11-1758-02

绞股蓝总苷口腔崩解片为绞股蓝总苷片的剂改品种,主要原料为绞股蓝总皂苷,原标准收载在《国家药品标准》新药转正第4册,测定项下以绞股蓝皂苷 A 为对照。但是目前市场上无绞股蓝皂苷 A 对照品商品。因此本实验建立了以人参皂苷 Rb₁ 为对

照,采用紫外分光光度法测定绞股蓝总苷口腔崩解片中总皂苷的方法。

1 仪器与试剂

TU—1901 紫外分光光度仪。人参皂苷 Rb₁ (中国药品生物制品检定所,批号 110704-200318)。

绞股蓝总苷口腔崩解片样品共12批,为本室自制。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:取人参皂苷 Rb₁ 对照品适量,加甲醇制成2 mg/mL的溶液,即得。

2.2 测定波长的确定:以人参皂苷 Rb₁ 为对照品,采用5%香草醛冰乙酸溶液-高氯酸(2:8)显色,在400~600 nm处进行光谱扫描,结果供试品溶液最大吸收波长为542.5 nm;对照品溶液的最大吸收波长为549.0 nm,通过对供试品溶液在不同波长下测定的吸光度,选择测定波长为550 nm。

2.3 供试品溶液制备:取绞股蓝总苷口腔崩解片样品0.5 g,精密称定,置锥形瓶中,精密加入甲醇25 mL,称定质量,超声处理(功率300 W,频率50 kHz)20 min,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,滤过,弃去初滤液,即得。

2.4 线性关系考察:精密量取2.054 mg/mL 人参皂苷 Rb₁ 对照品溶液0.0、30.0、60.0、90.0、120.0、150.0 μL,分别置10 mL具塞试管中,水浴蒸去甲醇,各精密加入5%香草醛-冰醋酸溶液0.2 mL与高氯酸0.8 mL,摇匀,密塞,置60℃水浴中加热15 min,立即用流水冷却至室温,再各精密加入冰乙酸5.0 mL,摇匀,以第一份为空白,照紫外-可见分光光度法(《中国药典》2005年版一部附录V A)试验,在550 nm波长处测定吸光度。以吸光度为纵坐标、取样量为横坐标,绘制标准曲线,计算得回归方程 $Y=0.007\ 62\ X-0.028\ 70$, $r^2=0.999\ 95$,结果显示取样量在0.061 62~0.308 1 mg有良好的线性关系。

2.5 专属性试验:取样品0.5 g,精密称定,置锥形瓶中,精密加入甲醇25 mL,称定质量,超声处理(功率300 W,频率50 kHz)20 min,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,滤过,弃去初滤液,精密吸取续滤液100 μL照线性关系考察项下的方法处理,结果显示,缺人参皂苷 Rb₁ 空白样品显色后,在550 nm波长处的吸光度约为样品吸光度的0.5%,小于5%,故认为空白辅料无干扰。

2.6 精密度试验

2.6.1 重复性试验:精密称取批号为060301绞股蓝总苷口腔崩解片样品6份,分别测定,计算绞股蓝总苷的质量分数,结果平均质量分数为81.16 mg/g, RSD为1.4%。

2.6.2 显色重现性试验:取批号为060301绞股蓝总苷口腔崩解片样品制备的供试品溶液,重复显色

6次,测定吸光度,结果RSD为0。

2.7 稳定性试验:取供试品溶液,显色,分别在10、15、20 min测定吸光度,结果分别为0.632、0.735、0.757。说明本品在20 min之内显色稳定。同时精密称取样品一份,进行时间扫描,结果显示供试品溶液在1.5 h内的吸光度基本一致,说明本方法显色稳定。

2.8 回收率试验:取批号060301绞股蓝总苷口腔崩解片样品9份,精密称定,其中含人参皂苷 Rb₁ 分别约为16.3、20.5、24.7 mg,精密加入人参皂苷 Rb₁ 对照品15.4050、20.5400、25.6750 mg,制备供试品溶液,显色测定,计算回收率,结果显示平均回收率为97.61%, RSD为1.4%($n=9$)。

2.9 样品测定:取12批绞股蓝总苷口腔崩解片样品,制备供试品溶液,显色,测定,计算总皂苷的质量分数,结果见表1,根据数据,将限度订为每1片含绞股蓝总苷以人参皂苷 Rb₁ 计不得少于13.0 mg。

表1 绞股蓝总苷口腔崩解片中总皂苷的测定结果($n=2$)

Table 1 Results of gypenosides in Gypenosides Orally Disintegrating Tablets ($n=2$)

批号	总皂苷/(mg·片 ⁻¹)	RSD/%
060301	16.6	0.0
060302	17.4	1.0
060303	17.6	0.0
JGLP	13.7	0.2
060305	18.4	0.9
060306	17.8	1.4
060307	18.2	0.7
060308	18.1	1.0
060309	18.0	0.1
060310	17.6	0.9
BY0505	14.5	1.6
ZD0505	16.2	0.1

3 讨论

提取条件的选择:根据人参皂苷 Rb₁ 对照品易溶于甲醇,故将样品溶解于甲醇中,并比较了甲醇超声处理10、20、30 min和甲醇回流1 h的提取方法,结果所得总皂苷的质量分数分别为16.58、17.00、16.61、15.61 mg/片,表明在功率300 W,频率50 kHz下超声处理20 min为最佳方法。

显色剂量的选择:取供试品溶液,分别加入显色剂各0.5、1.0、2.0 mL进行显色,测定吸光度,结果分别为0.733、0.765、0.730,故选择显色剂用量为1.0 mL。

在无绞股蓝皂苷A对照品的情况下,本实验方法可作为控制本制剂质量的方法。