

岛津 Nexera LC-40 测定逍遥丸中芍药苷的含量

LC-180

摘要： 本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，建立了逍遥丸中芍药苷含量测定的方法。该方法中，芍药苷在 2.0-300.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 线性范围内线性良好，相关系数为 0.9999。精密度实验中，芍药苷的保留时间相对标准偏差为 0.08-0.19%；峰面积的相对标准偏差为 0.20-0.39%。供试品中每 1 g 含白芍以芍药苷计，芍药苷含量为 13.2 mg。实验结果表明，该方法能快速准确地测定逍遥丸中芍药苷的含量。

关键词： Nexera LC-40 高效液相色谱仪 逍遥丸 芍药苷

逍遥丸具有疏肝健脾，养血调经的功能，用于肝郁脾虚所致的郁闷不舒、胸胁胀痛、头晕目眩、食欲减退、月经不调。其主成分芍药苷，具有扩张血管、镇痛镇静、抗炎抗溃疡、解热解痉、利尿的作用。

国家药典委员会 2019 年 5 月发布了“关于射麻口服液、小儿清热镇静散、逍遥丸（浓缩丸）国家药品标准修订草案的公示”逍遥丸检定方法征求意见稿。按照征求意见稿中逍遥丸含量测定项下要求，使用岛

津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪对主成分芍药苷含量进行测定。系统适用性试验中，按芍药苷峰计不低于 2000；供试品中每 1 g 含白芍以芍药苷计，芍药苷不得少于 4.0 mg。

本实验使用 Nexera LC-40 高效液相色谱仪建立了逍遥丸中芍药苷的含量测定方法，该系统具有分析速度快、稳定性高的特点，适用于制药药检相关行业对药品质量控制和分析的检验检测工作。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，具体配置为：SCL-40（系统控制器），DGU-405（脱气机），LC-40B XR（输液泵），SIL-40C XR 自动进样器，CTO-40C（柱温箱），SPD-M40A（二极管阵列检测器），LabSolutions Ver. 5.97（色谱工作站）。



图 1 岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱: Shim-pack GIST C18 (2.1 mm I.D.×100 mm L, 2 μm)

流动相: A相 -0.1% 磷酸水溶液; B相 - 乙腈

流速: 0.4 mL/min

柱温: 40°C

检测波长: 230 nm

进样体积: 4 μL

洗脱方式: 梯度洗脱, B相起始浓度为 12%, 时间程序如表 1 所示。

表 1 梯度洗脱时间程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
6.50	泵	B Conc	12
7.00	泵	B Conc	80
10.00	泵	B Conc	80
10.10	泵	B Conc	12
16.00	控制器	Stop	

■ 样品前处理

对照品溶液制备: 参照征求意见稿含量测定项下测定法, 取芍药苷对照品适量, 精密称定, 加稀乙醇制成每 1 mL 中约含 60 μg 的溶液, 即得。

供试品溶液制备: 参照征求意见稿含量测定项下测定法, 取本品适量, 研细, 取约 0.4 g, 精密称定, 加入稀乙醇 25 mL, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率 250 W, 频率 33 kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用稀乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

■ 结果与讨论

3.1 系统适用性试验

按照 1.2 中分析条件对 2 中对照品溶液进行测定, 色谱图如图 2 所示。芍药苷峰理论塔板数为 3443, 符合系统适用性要求 (征求意见稿含量测定项下系统适用性试验按芍药苷峰计不低于 2000)。

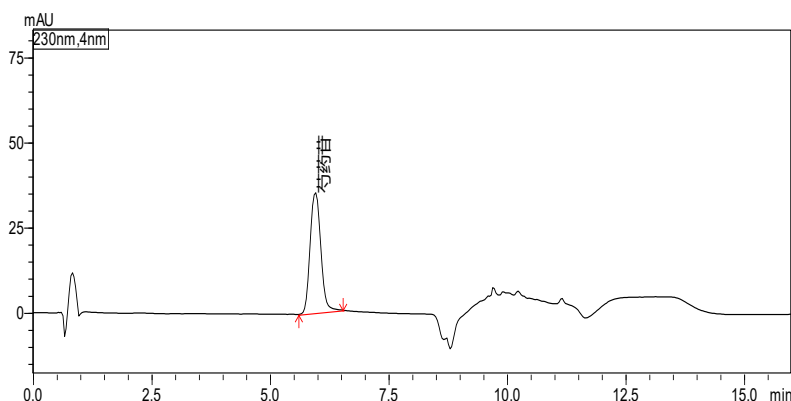


图 2 对照品溶液系统适用性色谱图 (60 μg/mL)

3.2 标准曲线

按 1.2 中的分析条件进行测定，以浓度为横坐标，峰面积比为纵坐标，采用外标法建立标准曲线，结果如图 3 所示，芍药苷在 2.0-300.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 线性浓度范围内，线性相关性良好，相关系数为 0.9999，具体结果见表 2。

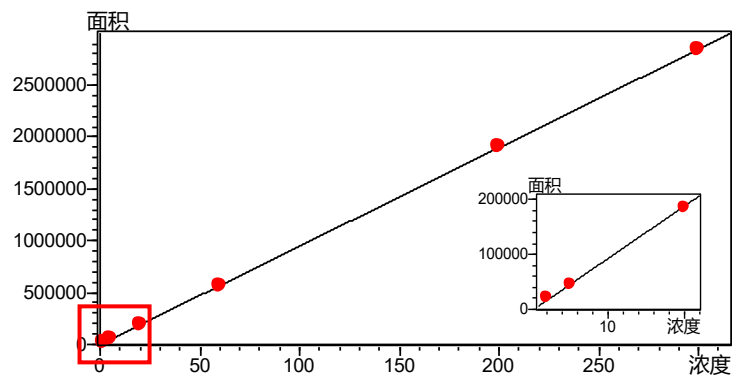


图 3 对乙酰氨基酚标准曲线

表 2 标准曲线参数

名称	英文名称	CAS No.	线性范围 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	线性方程	相关系数	准确度 %
芍药苷	Paeoniflorin	23180-57-6	2.0-300.0	$Y = (9485.23)X + (-633.029)$	0.9999	95.6-106.8

3.3. 精密度实验

按照 1.2 分析条件测定，选择浓度为 5.0、60.0 和 200.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的芍药苷对照品溶液分别连续进样测定 6 次重复性色谱图如图 4 所示。芍药苷的保留时间 RSD% 为 0.08-0.19%；峰面积 RSD% 为 0.20-0.39%，结果见表 3。精密度实验结果表明，Nexera LC-40 液相色谱仪具有良好的精密度。

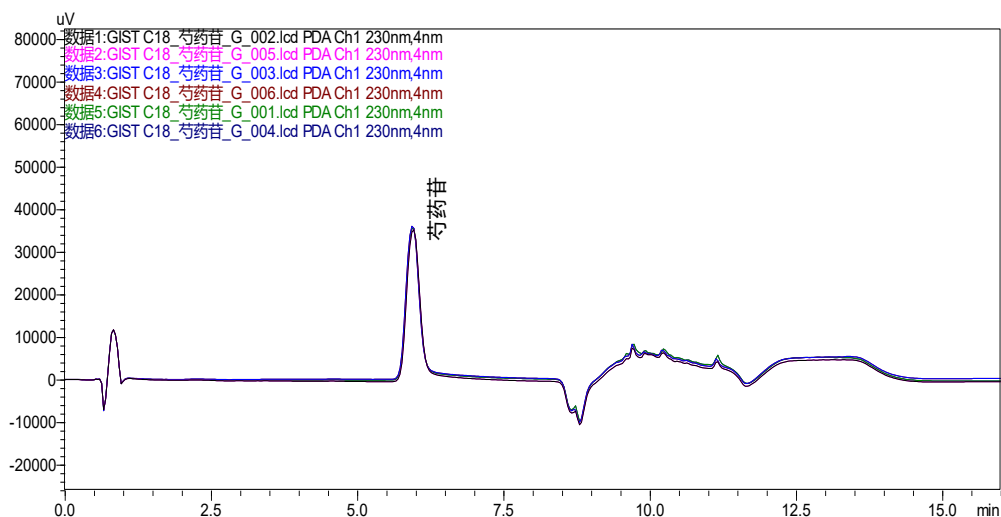


图 4 对照品溶液重复性色谱图 (60 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

表 3 芍药苷对照品溶液精密度的结果 (n=6)

	5.0 µg/mL		60.0 µg/mL		200.0 µg/mL	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
1	6.054	44,405	6.068	566,561	6.058	1,904,065
2	6.049	44,605	6.071	563,155	6.049	1,901,788
3	6.057	44,223	6.079	563,161	6.044	1,906,296
4	6.060	44,532	6.049	565,371	6.045	1,906,045
5	6.061	44,563	6.052	565,032	6.060	1,899,060
6	6.062	44,216	6.057	564,231	6.031	1,910,113
平均值	6.057	44,424	6.063	564,585	6.048	1,904,561
RSD(%)	0.08	0.39	0.19	0.24	0.17	0.20

3.4. 样品含量测定

取某厂家生产的逍遥丸（规格：每 8 丸相当于饮片 3 g）适量，研细，精密称取 40.12 mg 粉末，按照 2 中步骤得到供试品溶液，上机分析。供试品溶液连续进样测定 6 次，芍药苷的保留时间 RSD% 为 0.10%，峰面积为 0.20%，仪器精密度良好。供试品溶液色谱图及重复性色谱图如图 6- 图 7 所示，供试品溶液重复性结果见表 4。使用外标法定量，计算得到供试品中每 1 g 含白芍以芍药苷计，芍药苷含量为 13.2 mg，符合征求意见稿要求（征求意见稿含量测定项下供试品中每 1 g 含白芍以芍药苷计，不得少于 4.0 mg）。

Nexera LC-40 系列 SPD-M40 具备 UV cut-off 滤光片，可抑制低波长紫外光照射到检测池，从而避免样品溶液受到低波长紫外光照射后发生降解。如图 5 所示，图中分别展示了开启和关闭 cut-off 功能后的供试品溶液主成分芍药苷光谱图。

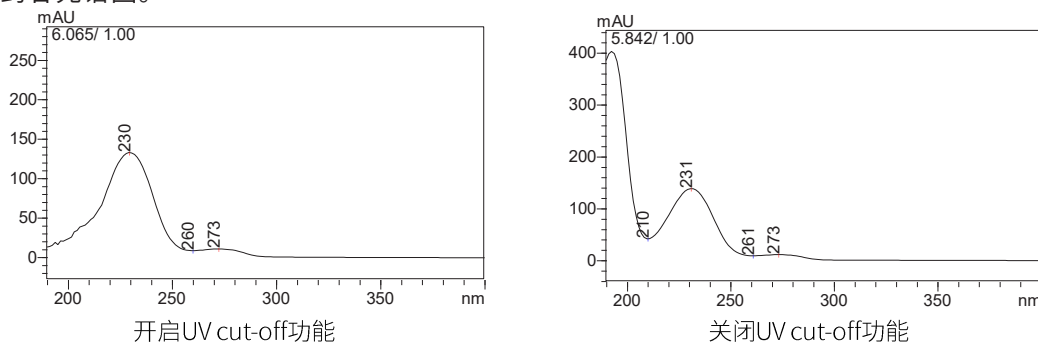


图 5 供试品溶液主成分芍药苷光谱图

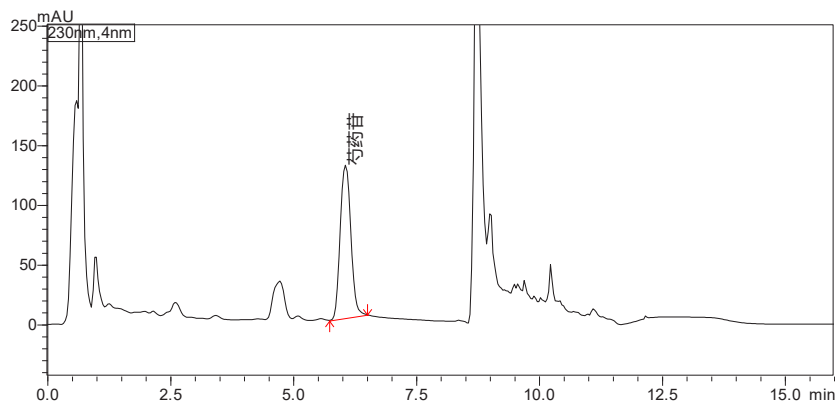


图 6 供试品溶液色谱图

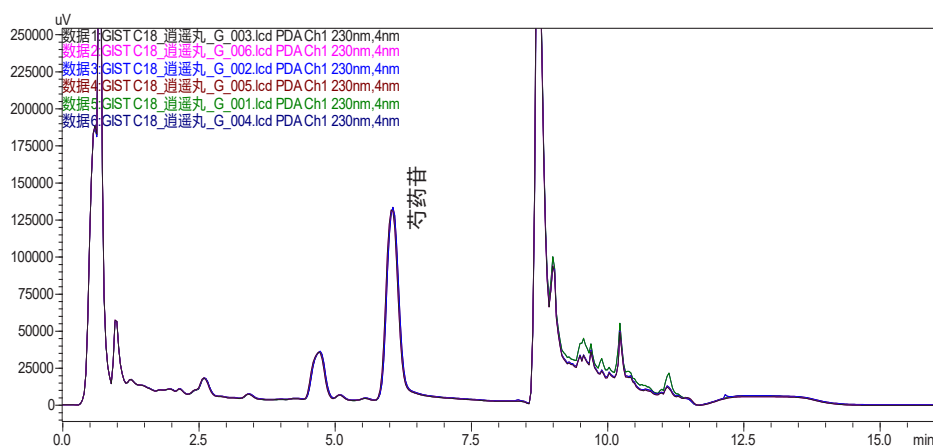


图 7 供试品溶液连续 6 针重复性色谱图

表 4 供试品溶液重复性结果 (n=6)

	芍药苷		
	R.T.	Area	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)
1	6.079	2,010,684	211.81
2	6.087	2,005,715	211.29
3	6.082	2,002,800	210.98
4	6.083	2,002,996	211.00
5	6.074	2,001,689	210.86
6	6.091	1,999,365	210.62
平均值	6.083	2,003,875	211.09
RSD (%)	0.10	0.20	

结论

本实验使用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，参照“关于射麻口服液、小儿清热镇静散、逍遥丸（浓缩丸）国家药品标准修订草案的公示”逍遥丸检定方法征求意见稿中含量测定项，建立了逍遥丸中芍药苷含量测定的方法。结果表明，芍药苷峰理论塔板数为 3443；芍药苷在 2.0-300.0 $\mu\text{g/mL}$ 线性范围内线性良好，相关系数为 0.9999。精密密度实验中，芍药苷的保留时间相对标准偏差为 0.08-0.19%；峰面积的相对标准偏差分别为 0.20-0.39%，仪器精密密度良好；供试品中每 1 g 含白芍以芍药苷计，芍药苷含量为 13.2 mg，结果均符合征求意见稿要求。

岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪分析速度快、稳定性良好、结果准确度高，适用于制药药检相关行业对药品质量控制和分析的检验检测工作。