

益胃胶囊中芍药苷的测定

鲁 敏 汪昇高¹ 张文婷(杭州 310004 浙江省药品检验所;¹ 临安市药品检验所)

摘要 目的:建立益胃胶囊中芍药苷的含量测定方法。方法:采用 HPLC 法,以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,乙腈-0.01mol/L 磷酸溶液(13:87)为流动相;检测波长为 230nm;测定制剂中芍药苷的含量。结果:芍药苷在 0.162—0.486 μ g 范围内有良好的线性关系, $r=1.0000$,平均回收率为 99.4%, $RSD=1.8\%$ ($n=6$)。结论:可作为控制制剂质量的参考依据。

关键词 益胃胶囊;HPLC;芍药苷

Determination of Paeoniflorin in Yiwei Capsule

• 60 • Chin JMAP, 2002 September, Vol. 19 No. 7

中国现代应用药学杂志 2002 年 9 月第 19 卷第 7 期

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish an accurate method for the determination of Paeoniflorin in Yiwei Capsule. **METHOD:** The HPLC method employed a C18 column, with athetonitrile —0.01mol/L phosphoric acid (13:87) as the mobile phase. The wave length of detection was 230nm. **RESULTS:** The linear range was 0.162—0.486μg (r=1.000). The recovery was 99.4%. The relative standard deviation was 1.8% (n=6). **CONCLUSION:** It can be way of a reference for controlling quality. **KEY WORDS** Yiwei Capsule, HPLC, Paeoniflorin

益胃胶囊由白芍、甘草等组成,具柔肝和胃,散瘀止血作用,用于慢性胃炎,胃溃疡,糜烂性胃炎,十二指肠溃疡及胃出血等症。白芍为该组方君药,芍药苷为其指标性成分及活性成分,本文拟测定制剂中芍药苷的含量以控制产品质量。

1 仪器与试剂

HP1100 液相色谱仪, HP1100 检测器, 岛津 UV-260 紫外分光光度计。

芍药苷对照品(含量测定用)由中国药品生物制品检定所提供。乙腈为色谱纯,其余为分析纯。

2 测定方法及结果

2.1 测定波长的选择:取芍药苷适量,加 50% 甲醇制成对照品溶液,用紫外分光光度计记录紫外吸收光谱,结果显示,芍药苷在 230nm 波长处有最大吸收。

2.2 系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Discovery Extcend C18, 250X4.6mm, 5μm); 乙腈 — 0.01mol/L 磷酸溶液(13:87)为流动相;检测波长为 230nm;柱温 30℃,流速 1ml/min,理论板数以芍药苷峰计不低于 2000。

2.3 对照品溶液及供试品溶液制备

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称取以五氧化二磷为干燥剂,减压干燥 24h 的芍药苷对照品适量,加 50% 甲醇制成每 1ml 中含 50μg 的溶液,即得。

2.3.2 提取方法的选择:2000 年版药典白芍原药材冷浸 4h 超声(1000W,50KHZ,下同)30min,现比较直接超声 30min、冷浸 1h 后超声 30min 与冷浸过夜再超声 30min。结果显示,直接超声未提取完全,而冷浸 1h 后超声提取完全。

2.3.3 供试品溶液的制备 取本品内容物约 0.2g,精密称定,置 25ml 量瓶中,加 50% 甲醇约 20ml,浸泡 1h,超声处理 30min,取出,放冷,加 50% 甲醇至刻度,摇匀,滤过,即得。

2.4 线性关系考察:精密量取对照品溶液(40.48μg/ml)4、6、8、10、12μl 注入液相色谱仪,测定峰面积,得回归方程 Y=53.4X+0.62, r=1.0000,说明芍药苷在进样量 0.162—0.486μg 范围内有良好的线性关系(见表 1)。

2.5 精密度:精密量取供试品溶液适量,重复进样 6 次,测定峰面积,结果显示 X=266.6, RSD=0.1% (n=6)

2.6 稳定性:取对照品溶液连续进样 6 次后每隔 2h 进样 1 针,测定峰面积,结果 X=266.4, RSD=0.4% (n=9),显示芍药苷在至少 14h 内稳定。见表 2。

表 1 线性关系考察结果

进样量 μl	4	6	8	10	12
测得峰面积	215.2	317.6	426.0	534.3	641.2

表 2 稳定性试验结果

时间(h)	0	1	2	4	6	8	10	12	14
峰面积	266.2	266.9	266.6	266.1	266.0	267.9	265.2	264.7	268.0

2.7 重现性:取同一批号样品(000404)5 份,分别精密称定,按上述方法操作,测定芍药苷峰面积,计算含量,结果 X=7.153mg/g, RSD=1.6% (n=5),见表 3。

表 3 重现性试验结果

编号	1	2	3	4	5	平均含量	RSD%
芍药苷含量 mg/g	7.252	7.286	7.053	7.039	7.136	7.153	1.6% (n=5)

2.8 回收率:精密称定已知含量样品(批号 000404)6 份,精密加入芍药苷对照品适量,按上述方法测得峰面积并计算含量,结果显示平均回收率为 99.4%, RSD=1.8% (见表 4)。

表 4 回收率试验结果

编号	样品中含量 (mg)	加入芍药苷量 (mg)	测得量 (mg)	回收率%	平均回收率 %
1	0.712	0.607	1.313	99.0	
2	0.702	0.607	1.304	99.2	
3	0.692	0.607	1.287	98.0	99.4
4	0.695	0.607	1.288	97.7	
5	0.748	0.607	1.372	102.8	

2.9 样品测定:按上述方法测定三批样品,结果见表 5。

表 5 样品测定结果

批号	000404	000405	000406
芍药苷含量 mg/g	7.153	6.262	7.157

3 讨论

取缺白芍阴性样品按供试品制备法制备,并取适量注入液相色谱仪,结果显示在芍药苷相同保留时间处无吸收峰。该方法操作简便,重现性好,可作为含白芍制剂控制质量的参考依据。

参考文献

1 王强,俞祥生,张留纪等,不同规格白芍中有关化学成分
的 HPLC 分析,中药材,1992,15(7):31.
2 杨建国,吴云高,王健生等,不同炮制法对白芍中芍药甙煎出量
的影响,中药材,1992,15(2):26.

收稿日期:2002-01-29