

高效液相色谱法测定赤芍浓缩颗粒中芍药甙的含量

周新蓓¹ 涂瑶生² 刘法锦²

(¹ 湖南中医学院第一附属医院 长沙 410007; ² 广东省中医研究所 广州 510095)

赤芍浓缩颗粒是广东一方制药厂承担国家中医药管理局重点科研课题“单味中药浓缩颗粒的研究”中的一种产品。广东一方制药厂已试生产出 356 种单味中药浓缩颗粒^[1], 我们院在临床上试用时, 医生、患者反应良好。为分析产品的内在质量, 本文采用高效液相色谱法测定了赤芍浓缩颗粒中芍药甙的含量, 结果令人满意。

1 仪器、试剂与样品

LC-10A 高效液相色谱仪(日本岛津), SPD-10A 型紫外检测器, 化学工作站, COM-PAQ486 计算机系统。

甲醇(色谱纯)、芍药甙(中国药品生物制

品检定所), 其他试剂均为分析纯。

赤芍浓缩颗粒(批号: 981050、981062、981071, 均由广东一方制药厂提供)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Shim-pack CLC-ODS(6.0×150mm; 10 μ m), 流动相: 甲醇-水(30:70); 流速: 1ml/min; 检测波长: 230nm; 柱温: 40 $^{\circ}$ C, 分离度(R)大于 1.5, 理论板数按芍药甙峰计算, 应不低于 1000。进样量 5 μ l。

2.2 精密度试验 取同一芍药甙对照品溶液, 按上述色谱条件, 连续测定 5 次, 测得峰面积积分值分别为: 410484, 410792, 410598, 410872, 410695, $RSD=0.12\%$ 。

2.3 线性关系考察 取经五氧化二磷干燥至恒重的芍药甙对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇适量使溶解,并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1,2,3,4,5ml。分别置 10ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,进样 5 μ l,测定。以对照品浓度对峰面积积分值进行线性回归,结果在 0.1~0.5 μ g 范围内呈线性关系。回归方程为: $Y=22.6941x+0.5143$, $r=0.9991$ 。

2.4 重现性试验 称取同一批样品,按“供试品溶液制备”项下操作,吸取对照品溶液 5 μ l,供试品溶液 5 μ l,进样,计算含量,平均值为:3.676%, $RSD=0.66\%$, $n=5$ 。

2.5 稳定性试验 取同一样品溶液,按样品测定项方法测定 5 次,每次间隔 1h,测得样品含量值分别为:3.65,3.69,3.74,3.89,3.78%,平均值为:3.75%, $RSD=2.47\%$ 。

2.6 样品测定 精密称取本品粉末 0.5g,置 50ml 量瓶中,加甲醇 20ml,超声处理 30min,放冷至室温,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,精密吸取续滤液 10ml,用微孔滤膜(0.45 μ m),滤过,滤液作为样品溶液。

吸取对照品溶液与样品溶液各 5 μ l,分别注入液相色谱仪,测定,计算,结果见表 1 与附图。

表 1 样品中芍药甙测定结果

批号	含量(%)	平均值(%)
981050	3.65 3.71	3.68
981062	4.58 4.62	4.60
981071	6.03 6.14	6.09

表 2 芍药甙回收率测定

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
0.460	0.52	0.97	98.08		
0.425	0.52	0.93	97.11		
0.481	0.52	0.99	97.88	98.50	1.48
0.465	0.52	0.99	100.96		
0.448	0.52	0.96	98.46		

2.7 回收率试验 精密称取已知含量的样品适量(约 13mg,批号:981050),分别精密加入一定量的芍药甙对照品,按样品溶液制备方法制备,在上述色谱条件下测定,平行做 5 组,结果见表 2。

3 小结

赤芍为中医临床常用中药,为了分析其内在质量,我们对赤芍浓缩颗粒进行了芍药甙的含量测定。芍药甙成分的含量测定方法有:薄层-紫外分光光度法^[2]、高效液相色谱法^[3]、薄层扫描法^[4]等。本文采用高效液相色谱法,对其提取溶媒、流动相等进行了选择和摸索,认为本文方法较好,可作为其质控方法。

从本文 3 批样品的测定结果上看,批与批之间含量变化较大,分析原因可能与药材来源及工艺操作有关。由此可见,对单味中药浓缩颗粒进行含量检测是十分必要的。根据实验检测结果,我们建议生产部门控制好药材质量和严格工艺操作管理,尽可能地提高单味中药浓缩颗粒中有效成分的含量,确保产品质量与临床使用效果。



附图 A 芍药甙对照品色谱图 B 样品色谱图

参考文献

- 涂瑶生. 单味中药浓缩颗粒研究进展. 中国中医药报. 第四版,1998.11.20
- 中华人民共和国药典. 一部. 北京:人民卫生出版社,1995.142
- 赵陆华. 高效液相色谱法分析中药成分手册. 北京:中国医药科技出版社,1994.345
- 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定. 北京:人民卫生出版社,1997.188

(收稿:1999-02-05)