

脑复清胶囊中芍药甙的含量测定研究*

都述虎, 湛 萍, 金继曙(安徽省医学科学研究所, 合肥 230061)

摘要:采用薄层扫描法对脑复清胶囊中有效成分芍药甙进行了定量研究。结果表明:方法准确,重现性好,可为评价新药质量提供可行依据。

关键词:脑复清胶囊;芍药甙;薄层色谱扫描

中图分类号:R284.1 文献标识码:B 文章编号:1005-9903(1999)05-0012-02

Studies on the Quantitative Determination of Paeoniflorin in Naofuqing Capsule

DU Shu-hu, ZHAN Ping, JIN Ji-shu

(Anhui Provincial Institute of Medical Sciences, Hefei, 230061)

Abstract: Paeoniflorin in Naofuqing capsule was quantitatively determined by dual-wavelength TLC-scanner. Results showed that the method was accurate and highly reproducible.

Key words: Naofuqing capsule; paeoniflorin; TLC-scanner

脑复清胶囊是由当归、白芍、川芎等六味中药组成,具养血柔肝,健脾化痰,通畅血脉之功效。临床用于治疗老年性痴呆,取得了初步疗效^[1]。白芍是处方中的主药之一,其主要有效成分是芍药甙,故以芍药甙为质控指标,我们建立了本制剂的含量测定方法。

1 仪器与材料

CS-930型薄层扫描仪(日本岛津),定量毛细管(美国Drummond公司),百万分之一电子天平(美国PE公司AD-2型),HSGF₂₅₄薄层板(山东烟台化工所试验厂),层析用硅胶(青岛海洋化工厂分厂),芍药甙对照品(中国药品生物制品检定所),脑复清胶囊(合肥神鹿药业有限公司提供),所用试剂均为分析纯。

2 实验条件

2.1 薄层色谱条件 薄层板:HSGF₂₅₄板(10cm×10cm×0.4mm),105℃活化30min后置干燥器内备用。展开剂:氯仿-甲醇(5:1)。层析温度25~30℃。展开方式:饱和10min,展距9cm。显色条件:254nm紫外灯

下观察定位(显示暗斑)。

2.2 薄层扫描条件 双波长反射式锯齿形扫描。测定波长 $\lambda_s = 235\text{nm}$,参比波长 $\lambda_R = 320\text{nm}$,狭缝 $1.25\text{mm} \times 1.25\text{mm}$,线性参数 $SX = 3$ 。

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备 精密称取芍药甙对照品,加乙醇溶解制成每ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。

3.2 标准曲线的绘制 精密吸取上述对照品溶液1,2,3,4,5 μl 分别点于同一薄层板上,按上述的薄层色谱条件和薄层扫描条件,测定芍药甙积分峰面积,以点样量为横坐标,峰面积值为纵坐标,绘制标准曲线。结果表明:芍药甙点样量在2.34~11.70 μg 之间与斑点面积积分值成线性关系。回归方程 $Y = 12707.92x - 4445.85$,相关系数 $r = 0.9994$ 。

3.3 供试品溶液的制备 取脑复清胶囊5粒,精密称取内容物2g,研成细粉,加层析用硅胶2.5g,拌匀,置索氏提取器中,加乙醇适

* 基金项目:安徽省“九五”攻关课题子课题之一

量,加热回流提取 4h,分取提取液,置水浴上蒸干,残渣加水 30ml 加热使溶解,用乙醚提取 3 次,每次 30ml,弃去乙醚液,水层用水饱和的正丁醇提取 4 次,每次 30ml,合并提取液,用水洗涤 2 次,每次 10ml,弃去水洗液,正丁醇液减压蒸干,残渣用少量甲醇使溶解,加入层析用硅胶 3g,拌匀,挥去甲醇,干燥后,加于已处理好的硅胶柱(内径 9mm,100~200 目,7g,用醋酸乙酯湿法装柱)上,用醋酸乙酯-甲醇(1:1)50ml 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣用乙醇分次溶解,移入 10ml 量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,为供试品溶液。

3.4 空白对照液的制备 按处方比例称取白芍外的其它药材,按样品的制备工艺及供试品液的制备方法,制得缺白芍的空白对照液。

3.5 稳定性试验 吸取供试品液一定量,点样,展开后立即扫描测定,并在室温下每隔 30min 测定一次,结果表明:峰面积值在 2.5h 内基本稳定。

3.6 精密度试验 精密吸取同批供试品液 2 μ l 在同一薄层板上点 5 个相同量点,依法测定其峰面积值分别为 45605.76 45902.17 49363.86 48068.98 44922.72,计算 $RSD = 3.65\%$ ($n=5$)。另精密吸取同批供试品液 2 μ l,分别点于 5 块薄层板上,依法测定其峰面积值分别为 46588.96 46791.66 47670.34 44600.56 42450.34,计算 $RSD = 4.60\%$ ($n=5$)。

3.7 重现性试验 取同批号样品 5 份,依法测定其芍药甙含量,分别为 3.73 4.08 3.94 4.10 4.04(mg/粒),计算 $RSD = 3.82\%$ ($n=5$)。

3.8 空白对照试验 取空白对照液,依含量测定项下同法操作,结果表明空白对照液在检测波长处无吸收,可见其它药味对本测定无干扰。

3.9 样品含量测定 精密吸取供试品液 3 μ l,对照品液 1 μ l 与 5 μ l,分别交叉点在同一块薄层板上,依法展开,扫描,采用外标两点法计算,结

果见表 1。

表 1 三批样品测定结果($n=3$)

批号	980102	980104	980108
含量(mg/粒)	4.08	3.68	3.57

3.10 回收率试验 采用加样回收法,取同批已知含量样品 5 份,每份 10 粒,倾出内容物,分别精密称定,准确加入芍药甙对照品一定量,按供试品液制备方法制备测定液,依法测定其芍药甙含量,得平均回收率为 98.18%, $RSD = 1.90\%$ ($n=5$),结果见表 2。

表 2 芍药甙加样回收率测定结果

取样量(g)	样品中含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	
1	4.3592	35.96	10.60	46.54	99.52
2	4.3636	36.00	10.06	45.90	98.41
3	4.6121	38.05	11.03	49.71	100.27
4	4.6100	38.03	9.25	47.01	97.08
5	4.5980	37.83	10.15	47.97	95.62

4 小结和讨论

测定白芍药材及制剂中芍药甙含量的方法较多,主要有薄层扫描法和 HPLC 法。本文根据本制剂特点,经研究建立了薄层扫描法测定芍药甙含量,可为评价脑复清胶囊质量提供可行依据。本方法关键是样品前处理技术。

样品测定中芍药甙含量有所差距,这与投料所用白芍药材质量有关,根据文献报道^[2,3],不同来源的白芍其芍药甙含量差异有 2~3 倍,故生产时应对白芍药材质量进行控制,并规定其芍药甙最低限量,以保证制剂的质量稳定。

参考文献:

- [1] 水岛宣照,池下照彦. 老人痴呆に對する当归芍药散の功能[J]. 和汉医药学会誌,1989,6(3):456
- [2] 王宝琴主编. 中成药质量标准与标准物质研究[M]. 中国医药科技出版社,1994. 608
- [3] 都述虎,金继曙,朱峰. 均匀设计在白芍质量分析中的应用[J]. 基层中药杂志,1998,12(4):24

(收稿日期:1999-01-25)