

高效液相色谱法测定胃健灵胶囊中芍药苷的含量

张雷^{1*}, 王明星², 张玉东²

(1. 长春中医学院针灸推拿学院, 吉林 长春 130117;

2. 吉林省中医院新药研究开发中心, 吉林 长春 130021)

[摘要] 目的: 建立胃健灵胶囊中芍药苷的含量测定方法。方法: 采用 Zorbax Zlipse XDB 色谱柱(4.6 × 250mm; 5 μ m), 流动相为乙腈-0.1% 磷酸溶液(15.5: 84.5), 流速 1mL/min, 检测波长为 230nm。结果: 芍药苷在 0.264~1.320 μ g 范围内线性关系良好, $r=0.9999$, 回收率为 97.52%。RSD 为 1.87% ($n=5$)。结论: 方法操作简便、准确、省时, 可以作为胃健灵胶囊的质量控制方法之一。

[关键词] 胃健灵胶囊; 芍药苷; 高效液相色谱; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2006)04-0022-02

胃健灵胶囊是用于治疗急慢性胃炎、胃溃疡的中药复方制剂。由白芍、白及、炮姜、三七、甘草、茯苓、木香、延胡索、海螵蛸等 10 味中药组成。本文采用高效液相色谱法测定君药白芍中芍药苷的含量, 探讨该方的质量控制。

1 仪器与试剂

LC-2010A 高效液相色谱仪(日本岛津), SPD-10Avp 紫外检测器。TP-500 型超声清洗机。CP225D 分析天平(德国)。芍药苷对照品购自中国药品生物制品检定所(批号 0736-99130), 规格: 供含量测定用。胃健灵胶囊由本院药剂室制备。乙腈为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Zorbax Zlipse XDB(4.6mm × 250mm, 5 μ m), 乙腈-0.1% 磷酸溶液(15.5: 84.5) 为流动相; 流速: 1mL/min, 检测波长 230nm, 柱温: 30 $^{\circ}$ C, 在此条件下芍药苷与其他组分达到基线分离, $R>1.5$, 理论板数按芍药苷峰计算, 应不低于 2000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取芍药苷对照品约 10mg, 精密称定, 置 100mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5mL, 置 10mL 量瓶中,

用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得(每 1mL 含芍药苷 0.066mg)。

2.3 供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物约 0.4g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入稀乙醇 25mL, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 100W, 频率 40kHz) 30min, 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。

2.4 空白试验 取不含白芍的空白胶囊样品, 按含量测定项下的方法制备, 依法测定, 结果在于对照品芍药苷峰的位置无其他干扰峰出现, 表明胶囊中其他成分对芍药苷峰无干扰。

2.5 线性关系的考察 分别精密吸取芍药苷对照品溶液 4, 8, 12, 16, 20 μ L 注入液相色谱仪, 测定, 以峰面积积分为纵坐标, 以进样量为横坐标, 绘制标准曲线并进行线性回归, 得回归方程 $Y=740016X-5705$, $r=0.9999$ 。结果表明芍药苷进样量在 0.264~1.320 μ g 范围内与色谱峰峰面积呈良好线性关系。

2.6 精密度试验 吸取芍药苷对照品溶液 10 μ L, 连续进样 5 次, 依法测定, 得峰面积的平均值为 510502, RSD 为 0.94%。

2.7 稳定性试验 同一供试品溶液, 在 0, 2, 4, 6, 8, 24h 进样 10 μ L, 测定芍药苷峰面积, 得峰面积平均值为 505644, RSD 为 0.82%, 试验结果表明: 芍药苷在供试品溶液中 24h 内是稳定的。

2.8 重复性试验 取一批号(050508)样品 5 份, 按

[收稿日期] 2005-06-22

[通讯作者] 张雷, Tel: (0431) 6172224; E-mail: zhanglei2224@yahoo.com.cn

供试品溶液制备方法和测定方法进行的操作并测定芍药苷的含量,经计算平均含量为每粒胶囊含芍药苷 1.5710mg, RSD 为 1.42%。

2.9 加样回收率试验 取已知含量的胃健灵胶囊(批号为 050511),每 g 含芍药苷 3.9133mg。取本品内容物约 0.2g,精密称定,精密加入对照品芍药苷适量,按供试品溶液制备项下的制备方法制备溶液,进样 10 μ L,依法测定芍药苷的含量,计算回收率,结果平均回收率为 97.51%, RSD 为 1.87%,结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果

序号	称样量 (g)	已知样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.2215	0.8668	0.8012	1.6583	98.79		
2	0.2303	0.9012	0.7999	1.6856	98.06		
3	0.2284	0.8938	0.8003	1.6555	95.18	97.51	1.87
4	0.2237	0.8754	0.8011	1.6718	99.41		
5	0.2364	0.9251	0.8015	1.6956	96.13		

2.10 样品含量测定 按 2.3 方法制备供试品溶液,吸取供试品溶液和对照品溶液各 10 μ L,分别进

样测定,测定三批样品中芍药苷的含量,结果见表 2。

表 2 样品含量测定(mg/粒)

批号	芍药苷含量		平均含量
050508	1.5737	1.5683	1.5710
050509	1.5170	1.5137	1.5104
050510	1.6172	1.6075	1.6124

根据 3 批样品测定结果,暂定胃健灵胶囊每粒含白芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计,不得少于 1.5mg。

3 讨论

供试品溶液制备方法的选择 比较回流提取法和超声提取法,对比结果回流法芍药苷含量略高于超声法,但回流法杂质多,各峰分离不好,基线漂移,经大孔树脂纯化后含量反而低于超声法,故采用超声法。

流动相的选择 参照药典及相关文献测定白芍中芍药苷的含量多用不同比例乙腈-水或甲醇-水,试验结果分离不好,而试验不同的比例乙腈-磷酸溶液为流动相,试验结果乙腈-0.1%磷酸溶液(15.5:84.5)为流动相,分离好。