

HPLC 法测定胃炎康胶囊中芍药苷的含量

秦文杰, 马 开, 高 寒

(河南省中医药研究院, 河南 郑州 450004)

摘要: 目的: 建立高效液相色谱法测定胃炎康胶囊中芍药苷含量的方法。方法: 采用 ODS C₁₈ 色谱柱; 乙腈-水(20: 80) 为流动相; 流速: 1mL/min; 柱温: 40 ℃; 检测波长 230nm。结果: 芍药苷在 0.1116μg~ 0.581μg 范围内量与峰面积积分值成良好的线性关系。平均回收率为 100.35%; RSD 为 1.54%。结论: 该法简便、准确, 可作为胃炎康胶囊的含量测定方法。

关键词: 胃炎康胶囊; 高效液相色谱法; 芍药苷

中图分类号: R284.2 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2005)01-0020-02

胃炎康胶囊已有部颁标准。原标准中无含量测定项, 为了更好的控制产品的内在质量, 采用高效液相色谱法对其中的芍药苷进行含量测定。在选择供试品溶液的制备方法过程中, 我们发现用水作为提取溶剂, 无论药材还是成品所测得芍药苷的提取率均较高。而在众多芍药苷含量测定的文献报道中, 用水作为提取溶剂的方法尚未见报道, 现报道如下。

1 仪器与试药

收稿日期: 2003-11-03

通讯作者: 秦文杰, Tel: (0371) 6331718

高效液相色谱仪(日本岛津 CLASS-VP 10AVP), KT-350W 型超声提取器(济宁科特超声电子有限责任公司), ODS C₁₈ 色谱柱(4.6 × 250mm)(大连依利特), 试剂: 所用试剂均为分析纯、色谱纯, 水为重蒸馏水(自制), 对照品: 芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所提供)。胃炎康胶囊(河南仲景健药业有限公司)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验 ODS C₁₈ 色谱柱; 乙腈-水(20: 80) 为流动相; 流速: 1mL/min; 柱温: 40 ℃; 检测波长 230nm, 进样量 10μL。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适量, 加甲醇制成每 1mL 含 60μg 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品内容物 1.5g, 精密称定, 置 50mL 量瓶中, 加水 45mL 超声提取 30min, 放至室温, 加水至刻度, 摇匀, 滤过, 精密吸取续滤液 5mL 置 10mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜 (0.45μm) 滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 阴性对照溶液的制备 按处方比例称取除白芍外的其他药材, 同法制得阴性对照溶液。

2.5 干扰试验 照上述色谱条件, 分别取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液, 注入色谱仪, 记录色谱图, 从图中可见空白试验无干扰。

2.6 线性关系考察 精密称取芍药苷对照品, 加甲醇溶液, 制成每 1mL 含 55.8μg 的对照品溶液, 分别进样 2、4、6、8、10μL, 按上述色谱条件, 测定芍药苷峰面积积分值, 回归方程为: $Y = 6.78 \times 10^{-7} X - 0.00477$, $r = 0.99976$ 。

2.7 稳定性试验 照上述色谱条件, 每隔一定时间进样一次, 记录峰面积, 结果表明, 供试品溶液在 8h 内基本稳定, 峰面积 RSD 为 1.5%。

2.8 精密度试验 按 2.2.2 方法制备供试品溶液, 重复测定 6 次, 峰面积 RSD 为 1.11%。

2.9 重复性试验 取同一批样品, 平行制备 5 份供试液, 分别进行含量测定, RSD 为 1.86%。

2.10 回收率试验: 精密取已知含量的同一批样品 5 份 (批号: 021105; 含量: 2.3261mg/g) 0.75g, 分别精密加入芍药苷对照品 1.7mg, 按 2.2.2 方法制备供试品溶液, 测定, 计算回收率。测定结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

编号	取样量 (g)	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
1	0.7578	1.7627	1.53	3.295	100.15
2	0.7682	1.7869	1.79	3.59	100.73
3	0.7633	1.7755	1.88	3.625	98.38
4	0.7606	1.7692	1.74	3.555	102.63
5	0.7619	1.7722	1.69	3.46	99.87
\bar{x}					100.35
RSD (%)					1.54

2.11 样品含量测定 按 2.2.2 方法制备供试品溶液, 取供试品溶液和对照品溶液, 分别进样, 测定 3

批样品中芍药苷含量, 测定结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果

批号	021103	021104	021105
芍药苷含量(mg/粒)	0.67	0.72	0.70

3 讨论

3.1 供试液的制备 我们曾选用乙醇、甲醇^[1] 浸泡 4h, 超声处理 30min、75% 乙醇、50% 乙醇、70% 甲醇^[2]、50% 甲醇^[3]、30% 甲醇、水饱和正丁醇^[4]、水直接超声, 结果以水超声提取含量最高, 故选用以水超声提取来制备供试品溶液。

3.2 流动相的选择 我们曾先后选用 ①甲醇-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-醋酸-异丙醇 (67: 173: 4: 4)^[1], ②甲醇-水 (30: 70), ③乙腈-1% 磷酸溶液 (15: 85), ④乙腈-水 (20: 80)^[5,6], ⑤甲醇-水-乙腈 (10: 75: 15) 为流动相, 因以乙腈-水 (20: 80) 为流动相色谱分离度好, 色谱峰不拖尾, 且配制简单, 故选用乙腈-水 (20: 80) 为流动相。

3.3 我们采用反相 ODS C₁₈ 色谱柱, 乙腈-水 (20: 80) 为流动相, 流动相中水的比例较大, 经测定, 本实验结束前后, 柱效未见降低, 在本实验中, 以水直接进样, 对分析柱寿命未见明显影响。

3.4 我们用此提取方法分别以本文色谱条件和药典色谱条件进行了多次实验比较, 结果不同批次白芍药材和胃炎康胶囊中芍药苷提取率均较药典方法高 1.5~ 2 倍。结果说明本法较药典方法提取完全, 更能客观反映白芍及其制剂中芍药苷的含量。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 2000 年版. 一部. 广州: 广东科技出版社, 2000. 281.

[2] 杨兰英, 梁宏, 郑玉果. 高效液相色谱法测定肝络欣丸中芍药苷含量[J]. 中国中药杂志, 2002, 27(5): 386-387.

[3] 刘志刚, 刘仲义. HPLC 测定五淋散中芍药苷的含量[J]. 中草药, 2002, 33(3): 232-233.

[4] 冷文金, 万民, 杨艳, 等. HPLC 法测定儿宝膏中芍药苷的含量[J]. 江西中医学院学报, 2001, 13(3): 117.

[5] 许军, 彭红, 徐发红等. 反相高效液相色谱法测定四逆散中芍药苷的含量[J]. 江西中医学院学报, 2002, 14(2): 31.

[6] 万伟中, 刘志辉. RP-HPLC 反相高效液相色谱法测定狼疮静中丹皮酚及芍药苷的含量[J]. 时珍国医国药, 2002, 13(6): 355-356.