

# 健脾消食颗粒中芍药甙的定量研究

郝明虹<sup>1</sup>, 曾 红<sup>2</sup>

(1 国家中药品种保护审评委员会, 北京 100061; 2 北京市光明医院, 北京 100062)

中图分类号: 284.1 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2000)02-0019-01

健脾消食颗粒是由山楂、白芍、麦芽等组成的中药复方制剂。为了控制其质量, 用高效液相色谱法对主药白芍的有效成分芍药甙进行了定量研究。

## 1 仪器和试剂

高效液相色谱仪: 日本岛津 LC-10A 高效液相色谱仪、一价阵列检测器、自动进样器等。甲醇为色谱级试剂, 其他试剂均为分析纯。芍药甙对照品: 中国药品生物制品检定所提供。本品在测试条件进行纯度检验表明其为单一纯峰(进样量 10 $\mu$ g)。

## 2 色谱条件

色谱柱: 十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(5 $\mu$ m); 流动相: 甲醇-0.3%的冰醋酸水溶液(35: 65); 流速: 1.0ml/min; 检测波长: 232nm; 柱温: 40 $^{\circ}$ C。

## 3 线性关系的考察

精密称取芍药甙对照品 1.2mg, 置 10ml 量瓶中, 加甲醇溶液至刻度, 摇匀, 为对照品溶液。精密吸取对照品溶液 4、8、12、16、20 $\mu$ l 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分为纵坐标、以对照品的量为横坐标绘制标准曲线, 计算得回归方程:  $Y = 1313.234x - 6.008$   $r = 0.9998$  表明芍药甙在 0.48~2.4 $\mu$ g 范围内具有良好的线性关系。

## 4 精密度试验

精密吸取对照品溶液 8 $\mu$ l, 重复进样 5 次, 芍药甙峰面积积分值的 RSD 为 1.23%。

## 5 重现性实验

同一批号(970823)样品 5 份, 按样品测定方法测定,  $\bar{x} = 0.4722$ , RSD = 1.54%。

## 6 稳定性试验

精密吸取同一供试品溶液, 每隔 1h 测定 1 次。结果表明, 本品在 1~5h 内稳定。

## 7 加样回收率试验

精密称取已知含量的健脾消食颗粒 2.5g, 分别添加芍药甙对照品, 按上述色谱条件测定, 计算回收率, 见表 1。

表 1 芍药甙回收率实验结果(mg)

序 号	制剂中 量	添加 量	测出 含量	回收率 (%)	平均回 收率(%)	RSD (%)
1	2.37	2.38	4.713	98.40		
2	2.37	2.38	4.730	99.12		
3	2.37	2.38	4.746	99.79	99.05	0.94
4	2.37	2.38	4.721	98.74		
5	2.37	2.38	4.700	97.86		
6	2.37	2.38	4.761	100.4		

## 8 空白试验

按处方制备不含白芍的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液, 在上述色谱条件下分析, 结果表明在与对照品色谱峰相同位置, 阴性对照溶液无色谱峰干扰。

## 9 样品的测定

精密称取本品 5g, 加水 20ml 超声溶解, 加到聚酰胺(80~100 目)吸附柱上, 用蒸馏水进行洗脱, 准确收集洗脱液 50ml, 摇匀, 用微孔滤膜(孔径 0.45 $\mu$ m)滤过, 弃去初滤液, 取续滤液作为供试品溶液。

分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 $\mu$ l, 按上述色谱条件测定。计算每克样品中芍药甙的含量, 分别为 0.52, 0.54, 0.61, 0.58, 0.63(mg/g)。

(收稿日期: 1999-09-09)