

平均回收率为 98.87% ,RSD为 1.25% ( $n=10$ )  
2.9 样品测定:精密吸取样品 1 mL,置于 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,取续滤液 1 mL,离心 10 min,进样 10  $\mu$  L,测定结果用回归方程计算其栀子苷的质量浓度,结果见表 1

表 1 八正合剂中栀子苷测定结果 ( $n=3$ )

| Table 1 Geniposide in Bazheng Mistura ( $n=3$ ) |                                           |       |
|-------------------------------------------------|-------------------------------------------|-------|
| 批 号                                             | 栀子苷 /( $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ ) | RSD % |
| 0208003                                         | 1.026 7                                   | 1.12  |
| 0208004                                         | 1.314 0                                   | 1.56  |
| 0208005                                         | 1.274 3                                   | 0.87  |
| 0209001                                         | 1.234 2                                   | 1.06  |
| 0211001                                         | 1.264 1                                   | 0.95  |
| 0305001                                         | 1.019 2                                   | 1.29  |
| 0305002                                         | 1.103 6                                   | 0.90  |

3 讨论  
3.1 栀子苷为水溶性的环烯醚萜类,试验中分别以水和甲醇为溶剂,结果显示,用水做溶剂效果较好。  
3.2 曾分别选用乙腈-水(10:90),甲醇-水-冰醋酸,乙腈-水(15:85)作为流动相。结果以乙腈-水(15:85)为最佳,栀子苷与相邻峰基线分离较好。  
3.3 样品测定结果表明,各批号间栀子苷含量存在一定差异,为了有效地控制产品质量,应该严格工艺条件,并建议把成品质量控制为:成品含栀子以栀子苷计不得少于 1.0 mg/mL

References

[1] Ch P (中国药典) [S]. Vol I . 2000.  
[2] Lu M P, Qiao Q B, Pang C Y, et al. Effect of macroporous resin in separation of gardenoside [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 2002, 33(9): 794-796.

HPLC法测定抗震止痉灵胶囊中芍药苷的含量

时文霞,孟 楣\*

(安徽中医学院第一附属医院 药学部,安徽 合肥 230031)

抗震止痉灵胶囊为本院神经内科协定处方制剂,由白芍、葛根、天麻等 10味中药组成,主要用于保护脑内多巴胺神经元,对帕金森病的震颤、肌僵直有治疗作用。白芍为主药,而芍药苷是芍药的主要活性成分。芍药苷可增加神经细胞存活数量,降低死亡率,对抗兴奋性氨基酸海藻酸所致的神经损伤<sup>[1]</sup>;具有解痉、镇痛、镇静及改善学习记忆的作用<sup>[2]</sup>;还能够抑制血小板聚集,扩张动脉血管,增加冠脉流量,保护急性心肌缺血等<sup>[3]</sup>。因此芍药苷的含量可以作为控制该制剂的质量指标。本实验采用 HPLC法测定抗震止痉灵胶囊中芍药苷的含量,方法稳定、准确、重现性好、灵敏度高。

1 仪器与试药

高效液相色谱仪:包括 Waters 600泵、2487双波长紫外检测器、Millennium 32工作站;芍药苷对照品(购自中国药品生物制品检定所,批号:0736-200117);抗震止痉灵胶囊(本院制剂中心生产提供),乙腈、甲醇为色谱纯,水为双蒸水,磷酸为分析纯

2 方法与结果

2.1 色谱条件:Kromasil ODS C<sub>18</sub>柱(250 mm×

4.6 mm,5  $\mu$ m);柱温:室温;流动相:乙腈-水(82:18,用磷酸调 pH 4);体积流量:1.2 mL/min;检测波长:230 nm  
2.2 标准曲线的绘制:精密称取芍药苷对照品 2.5 mg,置 25 mL量瓶中,加甲醇溶液使溶解,并加至刻度,摇匀即得(0.1 mg/mL)。用甲醇依次稀释得到 50、60、70、80、88  $\mu$ g/mL对照品溶液。在上述色谱条件下分别进样,进样量为 20  $\mu$ L,依次测定峰面积。以芍药苷质量浓度( $X$ )对峰面积( $Y$ )绘制标准曲线。结果芍药苷进样量在 1.00~1.76  $\mu$ g与峰面积呈线性相关,线性方程为  $Y=43\,816X$ , $r=0.999\,9$   
2.3 供试品溶液的制备:精密称取抗震止痉灵胶囊内容物约 0.2 g,置 10 mL离心管中,加甲醇约 3 mL超声提取,共 3次,每次 15 min,离心(3 000 r/min),滤过,合并滤液,置 10 mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀即得。  
2.4 空白试验:取除白芍以外的各原药材,按处方量制备胶囊,照 2.3项下方法制备空白对照溶液,微孔滤膜(0.45  $\mu$ m)滤过,进样。结果表明,本实验条件下,其他成分对芍药苷的测定无干扰。见图 1

\* 收稿日期:2004-02-16  
作者简介:时文霞(1953-),女,副主任药师,1974年毕业于安徽医科大学药理学系,主要从事制剂生产、研究及质量标准控制。

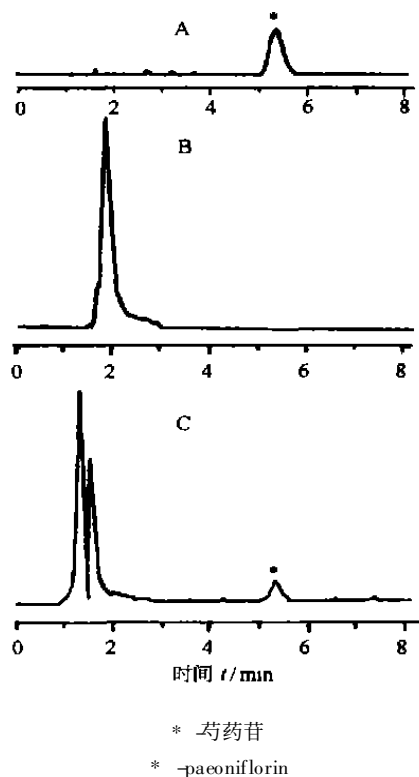


图 1 芍药苷对照品 (A)、阴性对照 (B)和抗震止痉灵胶囊 (C)的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of paeoniflorin reference substance (A), negative sample (B), and Kangzhen Zhijingling Capsule (C)

2.5 精密度试验: 取同一芍药苷对照品溶液 ( $60\mu\text{g}/\text{mL}$ )连续进样 5 次,进样量为  $20\mu\text{L}$ ,测定峰面积,计算得  $\text{RSD}=0.34\%$ ,

2.6 重现性试验: 取同一批号 (批号: 20030315)样品,称取 5 份,依法制备供试品溶液,分析,测得芍药苷质量分数的  $\text{RSD}=0.93\%$ 。

2.7 稳定性试验: 取供试品溶液,每 2 h 进样 1 次,重复 5 次,供试品溶液中芍药苷的吸收峰面积  $\text{RSD}=0.87\%$ ,表明溶液在 10 h 内基本无变化

2.8 加样回收率试验: 取同一批号 (批号:

20030315)样品,精密称取 5 份,每份约  $120\text{mg}$  (含芍药苷约  $300\mu\text{g}$ ),分别加入  $60\mu\text{g}/\text{mL}$ 芍药苷对照品溶液各  $5\text{mL}$ ,按 2.3 项下方法测定,计算回收率,结果平均回收率为  $99.3\%$ ,  $\text{RSD}=0.60\%$  ( $n=5$ )

2.9 样品的测定: 取不同批次的抗震止痉灵胶囊内容物,制备供试品溶液,微孔滤膜 ( $0.45\mu\text{m}$ )滤过,进样测定,结果见表 1

表 1 抗震止痉灵胶囊中芍药苷测定结果 ( $n=2$ )

| Table 1 Paeoniflorin in Kangzhen Zhijingling Capsule ( $n=2$ ) |                                         |
|----------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| 编号                                                             | 芍药苷 / ( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ ) |
| 20030315                                                       | 2.522 30                                |
| 20030610                                                       | 2.556 35                                |
| 20031029                                                       | 2.404 85                                |

### 3 讨论

3.1 选用甲醇作溶剂,超声震荡提取,可将芍药苷提取完全。所得溶液干扰杂质峰小,不污染色谱柱,便于分析。对流动相的选择进行预试验,采用甲醇-水系统分离效果不好,改用乙腈-水,并用磷酸调 pH 值为 4 作流动相,分离效果好。

3.2 本实验采用 HPLC 法测定抗震止痉灵胶囊中芍药苷的含量,提取方法简单,分析快速,精密度高,重现性好,且空白无干扰,可较好控制本品的质量。

### References

- [1] Wu Y M, Xu H P, Wang C T, et al. Protective effects of paeoniflorin on cultured cortical neurons of mice [J]. *Chin J Pharmacol Toxicol* (中国药理学与毒理学杂志), 2002, 16 (3): 172-175.
- [2] Wang Z H, Min Z D. Studies on the chemical constituents and pharmacological activities of *Paeonia lactiflora* Pall [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药), 1999, 10 (7): 544-546.
- [3] Zhang G Q, Hao X M, Chen S Z, et al. Blockade of paeoniflorin on L-type calcium channel in isolated rat ventricular myocytes [J]. *Chin Pharmacol Bull* (中国药理学通报), 2003, 19 (8): 863-866.

### 敬告读者

《中草药》杂志编辑部尚存部分过刊合订本,包括: 1974-1975 年, 1976 年, 1979 年, 1985-1994 年 (80 元/年); 1995-1997 年 (110 元/年), 1998 年 (120 元), 1999 年 (135 元), 2000 年 (180 元), 2001 年 (200 元); 2002 年 (200 元); 1996 年增刊 (50 元), 1997 年增刊 (45 元), 1998 年增刊 (55 元), 1999 年增刊 (70 元), 2000 年增刊 (70 元), 2001 年增刊 (70 元), 2002 年增刊 (65 元), 2003 年增刊 (65 元)。欢迎订购,电话: 022-27474913; 022-23006821(传真)。