

高效液相色谱法测定加味逍遥口服液中的芍药甙

中国药品生物制品检定所(北京 100050) 蓝 煜 马双成 倪 龙 陈德昌 王宝琴

加味逍遥口服液由10味药组合而成。芍药甙是白芍及加味逍遥口服液的主要活性成分。加味逍遥口服液中芍药甙的定量分析未见报道,但芍药甙含量测定方法有比色法[1]、薄层色谱法[2]、气相色谱法[3]、高效液相色谱法[4, 5]等。本文研究用反相高效液相色谱法, ODS柱, 流动相用乙腈-水系统, 测定加味逍遥口服液中的总芍药甙(牡丹皮中含有芍药甙)来保证工艺的稳定性及产品的质量。

1 仪器与材料

高效液相色谱仪: SP8800; SP100 紫外检测器; SP4400微处理机; 7105六通阀; 试剂: 乙腈为色谱纯, 水为去离子水。芍药甙对照品: 中国药品生物制品检定所。加味逍遥口服液: 中国药品生物制品标准化研究中心。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱 $4.6 \times 150\text{mm}$, 填料: Intersill ODS-2柱, 粒度 $5\mu\text{m}$; 流动相: 水-乙腈(85:15); 检测波长: 230nm ; 流速: 0.7ml/min ; 柱温: 室温。

2.2 芍药甙标准曲线: 取芍药甙标准品(0.2mg/ml), 按色谱条件, 分别进样1、3、5、7、 $9\mu\text{l}$ 测得峰面积, 以对照品重量为横坐标, 以峰面积为纵坐标得一条通过原点(零点)的直线, 线性回归方程: $Y = 3725120X + 142214$, ($r = 0.9999$),

结果表明在 $0 \sim 2.03\mu\text{g}$ 范围内呈良好线性关系。

2.3 精密密度试验: 取同一份样品连续测定6次, 测定结果 $CV = 0.67\%$ 。表明仪器精密密度较好。

2.4 样品含量测定: 精密吸取本品 5ml , 加到聚酰胺(80~100目)吸附柱($1.5 \times 18\text{cm}$, 4g)上, 用水洗脱, 精密接取 25ml 于一容量瓶中, 即得样品溶液。按色谱操作条件, 进样上述对照品溶液和样品溶液各 $5\mu\text{l}$, 测得峰面积值, 按外标法计算含量, 测定结果本品含总芍药甙($\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{O}_5$)为 $95.84\text{mg}/100\text{ml}$, $CV = 1.24\%$ ($n = 6$)。

2.5 加样回收试验: 以加样回收法测定, 精密吸取已知含量的加味逍遥口服液 5ml , 加入芍药甙对照品, 按样品含量测定项下制备样品, 按色谱操作条件, 进样上述对照品溶液及样品液各 $5\mu\text{l}$, 按外标法计算, 测得总平均回收率为 98.9% , $CV = 2.26\%$ ($n = 6$)。

3 小结与讨论

3.1 芍药甙标准品: 加味逍遥口服液、空白试验(缺白芍、牡丹皮)按色谱条件操作, 芍药甙峰形良好, 与杂质峰达基线分离。

3.2 芍药甙是一种亲水性化合物, 采用反相高效液相色谱法, 乙腈-水为流动相, 测得峰形好, 与杂质峰达基线分离, 且重现性好, 回收率结果满意。

参 考 文 献

- 1 北京药品生物制品检定所中药室. 药品与生物制品, 1976(3): 226
- 2 何丽一. 药学通报, 1983, 18(4): 230
- 3 野口卫编. 汉方制剂分析技术. 北京: 人民卫生出版社, 1986. 109

4 Yoshinobu Akada, et al. 药学杂志(日), 1979, 99(8): 858

5 Yoshinobu Akada, et al. 药学杂志(日), 1980, 100(9): 958

(1993-08-09收稿)

(上接第416页)

2.4 对小鼠游泳时间的影响: 雄性小鼠, 每组10只, 田七人参 2.5 、 5.0g/kg 灌胃, $qd \times 15d$, 对照组灌胃等量自来水。记录小鼠入水至死亡时间作为

游泳时间。结果, 田七人参 5.0g/kg 组小鼠游泳时间为 $33.3 \pm 10.5\text{min}$ 与对照组 $21.3 \pm 7.9\text{min}$ 比较, 差异显著($P < 0.05$)

参 考 文 献

- 1 江苏新医学院编. 中药大辞典, 上册. 上海: 上海人民出版社, 1977. 54
- 2 张宝恒. 中草药, 1984, 15(11): 34
- 3 崔福生. 医学生化检验手册. 天津: 科学技术出

版社, 1982: 223

4 单春文, 等. 中草药, 1986, 17(12): 12

(1994-01-25收稿)