

RP-HPLC法同时快速测定益视片中

芍药甙与橙皮甙的含量

成都中医药大学(610075) 周淑芳 张 艺 孟宪丽 赖光荣* 易克勇*

益视片由菟丝子、楮实子、白芍和青皮等药物组成;具有滋补肝肾、行气活血,兼调眼睛疲劳等功能,主要用于肝气不舒、气机不利,睫状小调节失灵所致的眼近视。方中白芍和青皮为较重要的药物,本文采用反相高效液相色谱法,对益视片中芍药甙与橙皮甙的含量进行同时快速分离测定。

1 仪器与试剂

岛津LC-6A高效液相色谱仪,CTO-6A柱温箱,SPD-6AV紫外检测器,C-R3A数据处理机。

芍药甙和橙皮甙由中国药品生物制品检定所提供;益视片由本院中药药剂教研室提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱Spherosil C₁₈(4×100 mm, 3μm),流动相为甲醇-水-异丙醇-36%醋酸(25:71:2:2),柱温30℃,检测波长为230nm,量程为0.04A.U.F.S。

2.2 样品提取方法的选择:取同一批号样品6份,精密称定,加入50%乙醇进行超声振荡提取,经不同时间提取比较,结果表明经15min即可提取完全(以芍药甙计)。见表1。

表1 不同时间超声提取芍药甙比较(n=3)

提取时间 (min)	5	10	15	20	30	40
芍药甙峰 面积($\bar{x}$)	8052	8975	9548	9526	9451	9480

2.3 供试品溶液的制备:精密称取样品1g,置25ml量瓶中,精密加入50%乙醇20ml,超声振荡提取15min,静置,用微孔滤膜(孔径0.45μm)滤过,滤液即为供试品溶液。

同法制成不含白芍的样品空白供试品溶液。

2.4 对照品溶液的制备:分别取芍药甙和橙皮甙对照品适量,精密称定,加甲醇分别溶解成0.082 mg/ml芍药甙和橙皮甙的混合对照品溶液。

2.5 工作溶液的制备:分别取芍药甙和橙皮甙对照品适量,精密称定,加甲醇溶解成0.082 mg/ml芍药甙和0.082mg/ml橙皮甙的混合对照品溶液。

2.5 工作曲线的制备:分别吸取混合对照品溶液不同体积,注入液相色谱,测定峰面积,得2条通过原点的直线。以峰面积值对进样浓度作线性回归处理,得到回归方程为:芍药甙: $Y = 156128x - 2121, r = 0.9996$ 。橙皮甙: $Y = 439.3 + 5852.9X, r = 0.9979$ 。

其中芍药甙对照品在0.205~1.640μg范围,橙皮甙对照品在0.20~1.20μg内的线性关系良好。

2.6 精密度试验:取同一批号样品共5份,同前法制成供试品溶液,重复进样分析3次。结果RSD为0.38%。

2.7 回收率实验:取已知芍药甙含量的3批供试品溶液进样测定,平均回收率为102.49%,RSD为0.55%。

2.8 样品测定:分别精密吸取3批样品的供试液各10μl进行气相色谱分析,随行外标法定量测定,结果见表2。

表2 样品含量测定结果(n=3)

批号	芍药甙			批号	橙皮甙		
	($\bar{x}\%$)	(SD)	(RSD)		($\bar{x}\%$)	(SD)	(RSD%)
I	0.1546	0.0147	0.95	I	0.1190	0.0018	1.47
II	0.1440	0.0207	1.44	II	0.1675	0.0027	1.63
III	0.1521	0.0267	1.75	III	0.1639	0.0008	0.46

*本院93届毕业生

(1994-03-07收稿)