

HPLC 法测定逍遥软胶囊中芍药苷的含量

张孝法

(江苏康缘药业股份有限公司药物研究所, 江苏 连云港 222001)

逍遥软胶囊是由《中华人民共和国药典》1995年版收载的中成药逍遥丸改剂型而来, 主要由柴胡、当归、白芍、白术、茯苓等中药组成, 具有疏肝健脾、养血调经之功效, 用于肝气不舒、胸肋疼痛、头晕目眩、食欲减退、月经不调。白芍为方中的主要组份, 故采用 HPLC 法测定逍遥软胶囊中芍药苷的含量, 结果准确可靠, 可作为逍遥软胶囊的质量控制方法。

1 仪器与试剂

美国惠普 HP1100series 系列高效液相色谱仪, 梅特勒 AH204 电子天平, 乙腈为色谱纯, 水为超纯水, 其他试剂为分析纯。芍药苷对照品购自中国药品生物制品检定所(批号: 110736-200220), 逍遥软胶囊由江苏康缘药业股份有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Hypersil-ODS (125 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水-磷酸(15: 85: 0.1); 体积流量: 0.7 mL/min; 柱温: 室温; 检测波长: 230 nm。

2.2 溶液的配制

2.2.1 对照品溶液的制备: 精密称取芍药苷对照品 10 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为储备液。精密量取 3 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得(含芍药苷 0.03 mg/mL)。

2.2.2 供试品溶液的制备: 取本品内容物约 1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 mL, 密塞称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。按处方比例制备不含白芍阴性样品, 按上述供试品溶液制备方法制备阴性对照溶液。

2.3 干扰性试验: 取对照品、供试品、阴性对照溶液, 按上述色谱条件分别进样 10 μL, 结果芍药苷在约 15 min 出峰, 样品中芍药苷峰与杂质峰分离良好, 阴性对照无干扰。

2.4 线性关系考察: 精密吸取对照品储备液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至

刻度, 摇匀, 进样 10 μL。以芍药苷的进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 进行线性回归, 得回归方程 $Y = 3.17 \times 10^8 X - 3.076 \times 10^6$, $r = 0.9995$ 。结果表明芍药苷在 10.0~50.0 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验: 精密吸取同一芍药苷对照品溶液(30 μg/mL), 重复进样 5 次, 各 20 μL, 测定峰面积, 结果 RSD = 0.85%。

2.6 稳定性试验: 对同一供试品溶液在 0、1、2、4、8、12 h 进样, 测定峰面积, 结果芍药苷峰面积 RSD 为 1.23%。

2.7 重现性试验: 取同一批样品平行制备 5 份供试品溶液, 依法检测, 测定芍药苷质量分数, 结果 RSD 为 1.45%。

2.8 加样回收率试验: 取含芍药苷 1.12 mg/g 逍遥软胶囊内容物 0.2 g, 精密称定, 精密加 0.1 mL 芍药苷对照品溶液 2 mL, 按供试品溶液的制备项下方法操作, 测定芍药苷质量分数, 计算回收率, 结果芍药苷的平均回收率为 99.0% RSD = 1.2% ($n = 5$)。

2.9 样品的测定: 分别精密吸取对照品与供试品溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 依法测定, 以外标法计算样品中芍药苷含量, 结果见表 1。

表 1 逍遥软胶囊中芍药苷测定结果 ($n = 3$)Table 1 Paeoniflorin in Xiaoyao Soft Capsule ($n = 3$)

批号	芍药苷/(mg · g ⁻¹)
20001116	1.15
20000709	1.21
20000405	1.18
20000304	1.09
19990706	1.10

3 讨论

逍遥软胶囊为药典改进方, 有关含量测定方面未见报道。本实验采用 HPLC 法对芍药苷进行测定, 方法简便、重现性好。

收稿日期: 2003-12-08

作者简介: 张孝法(1969—), 男, 江苏赣榆人, 工程师, 1993年毕业于南京中医药大学, 现在江苏康缘药业股份有限公司研究所从事新药研发工作, 研究方向为新型中成药开发与研究。