

# 强肝胶囊中芍药苷的高效液相色谱测定法研究

刘永利,李冬梅,冯丽,赵晓春(河北省药品检验所,河北 石家庄 050011)

**摘要:**目的 建立强肝胶囊中芍药苷的含量测定方法。方法 用  $C_{18}$  柱(4.6 mm × 200 mm, 5 μm), 流动相:乙腈-水(13:87), 检测波长为 230 nm, 流速:1 mL · min<sup>-1</sup>。结果 芍药苷加样回收率为 96.6%, RSD 为 1.54%。结论 方法简便, 结果准确可靠, 重现性好。

**关键词:**强肝胶囊;芍药苷;高效液相色谱法

中图分类号:R283.6;R917.101

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2003)04-0302-02

## Study on determination of paeoniflorin in qianggan capsules by HPLC

LIU Yong-li, LI Dong-mei, FENG Li, ZHAO Xiao-chun(Hebei institute for drug control, Shijiazhuang 050011, China)

**ABSTRACT:OBJECTIVE** To establish the determination method of paeoniflorin in Qianggan Capsules. **METHOD**  $C_{18}$  column was used in the HPLC method with acetonitrile-water(13:87) as a mobile phase, the flow rate was 1.0 mL · min<sup>-1</sup> and detection wavelength was at 230 nm. **RESULTS** The recovery of the added sample was 96.6% and RSD was 1.54%. **CONCLUSION** This

method is simple and the result is reliable.

**KEY WORDS:** Qianggan capsules; paeoniflorin; HPLC

强肝胶囊是由白芍、当归、黄芪等16味中药材加工而成的复方制剂,有清热燥湿、益气解郁之功效,原标准中无含量测定项,为更好的控制药品质量,以白芍中芍药苷为指标,利用高效液相色谱法,建立含量测定方法。

## 1 仪器、试剂与样品

高效液相色谱仪(HP-1100),单元泵,VWD检测器,芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号:0736-9912,供含量测定用),乙腈为色谱纯,水为去离子水,其它试剂均为分析纯。

强肝胶囊样品(批号:981201,981202,981106,石家庄东方药业有限公司),阴性样品自制。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

C<sub>18</sub>柱(4.6 mm × 200 mm, 5 μm),流动相:乙腈-水(13:87),检测波长为230 nm,流速:1 mL·min<sup>-1</sup>,理论塔板数按芍药苷峰计应不低于5 000。对照品、样品及阴性样品色谱图见图1和图2和图3。

### 2.2 对照品溶液制备

精密称取芍药苷对照品0.010 98 g,置100 mL量瓶中,加甲醇适量使溶解并定容,摇匀,精密量取10 mL,置50 mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

### 2.3 供试品溶液的制备

精密称取本品内容物0.5 g,置具塞三角瓶中,精密加甲醇25 mL,称重,超声处理30 min,放冷,用甲醇补足损失的重量,滤过,精密量取续滤液10 mL,蒸干,残渣加水15 mL溶解,用氨试液调pH值为9~10,用正丁醇-氯仿(1:1)混合液萃取5次,每次30 mL,合并萃取液,蒸干,残渣加甲醇使溶解并定容至10 mL量瓶中,即得。

**2.3.1 提取方法的选择** 曾采用甲醇超声后直接进样,但杂质太多,芍药苷峰处有干扰;又试验用水饱和的正丁醇超声,但样品有结块现象,超声亦不散,所以均未采用。比较了以下4种方法:①正丁醇超声1 h后进样测定,芍药苷含量为0.41 mg·g<sup>-1</sup>,由于提取率太低而未被采用;②甲醇超声30 min后上中性Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>柱,用甲醇洗脱,芍药苷含量为1.01 mg·g<sup>-1</sup>,由于回收率偏低,且Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>吸附作用受温湿度影响大,重现性太差而未被采用;③甲醇超声30 min后上D<sub>101</sub>型大孔树脂柱,用水洗脱除去杂质,然后用体积分数为70%乙醇洗脱,芍药苷含量为1.07 mg·g<sup>-1</sup>,由于除杂效果不理想,供试品色谱背景较重,未能达到基线分离而未被采用;④甲醇超声30 min后用水饱和的正丁醇萃取5次,合并正丁醇液用氨试液洗涤,然后氨试液再用正丁醇反萃,合并正丁醇液,蒸干后用甲醇定容,芍药苷含量为1.08 mg·g<sup>-1</sup>,由于操作烦琐而未被采用。

**2.3.2 超声时间的选择** 考察了甲醇超声时间(20, 30, 40

min)对结果的影响,结果表明30与40 min基本相同,为节约时间,选择30 min。

### 2.4 标准曲线的制备

精密称取芍药苷对照品10.13 mg,置100 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取1, 2, 4, 6, 8 mL,分别置10 mL容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。进样10 μL测定,以对照品进样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐标,计算回归方程为 $Y=1.335+14.167x$ ,  $r=0.9999$ 。表明芍药苷在0.10~0.81 μg范围内呈良好的线性关系。

### 2.5 稳定性试验

取样品于0 h开始测定,以后每隔1 h测定1次,结果表明在6 h内稳定,RSD为1.38%。

### 2.6 精密度试验

精密吸取同一份样品溶液进样5次,测定峰面积,RSD为1.18%。

### 2.7 重复性试验

取同一批样品(批号:981201)5份,按供试品溶液的制备和样品测定项下的方法操作,分别测定含量,平均含量为1.10 mg·g<sup>-1</sup>,RSD为1.09%。

### 2.8 回收率试验

精密量取已知含量的样品各0.25 g,精密加入浓度为0.01098 mg/mL的芍药苷对照品溶液25 mL,按“供试品溶液制备”项下自“称重,超声处理30 min”起同法测定,计算回收率,结果见表1。

表1 加样回收率试验测定结果

Tab 1 The recovery of added sample

	样品中含 量 mg	加入量 / mg	测得量 / mg	回收率 / %	平均 / %	RSD / %
1	0.271 7	0.274 5	0.534 4	95.70		
2	0.276 3	0.274 5	0.547 3	98.72		
3	0.262 2	0.274 5	0.527 4	96.61	96.6	1.54
4	0.270 2	0.274 5	0.536 4	96.98		
5	0.269 5	0.274 5	0.529 6	94.75		

### 2.9 样品测定

精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10 μL,按上述色谱条件测定,三批样品(批号:981201,981202,981106)中芍药苷含量分别为1.08, 1.05, 0.98 mg·g<sup>-1</sup>。

## 3 讨论

**3.1 本法用氨试液调pH后,用正丁醇-氯仿(1:1)混合液萃取,正丁醇液在下层,操作简便,且能有效去除杂质,使样品峰达到基线分离,结果准确,重现性好。**

**3.2 回收率实验结果偏低,可能是由于萃取步骤较多所致,在试验中应加以注意。**

收稿日期:2001-12-27