

东北紫杉提取物中紫杉醇的HPLC法测定

黄卫平 (浙江省卫生学校, 杭州 310009)

刘放 (浙江省医学科学院, 杭州 310013)

摘要 报道了应用反相 HPLC 法测定东北紫杉提取物中紫杉醇的含量。色谱柱: Shim-pack CLC-ODS ($\phi 6.0 \times 150$ mm), 流动相由甲醇-水(65:35)组成, 供试品能在较短时间内完全出峰, 且达到较好的分离。该法专一、简便、灵敏度高, 适用于常规分析。

关键词 紫杉醇 东北紫杉 高效液相色谱法 含量测定

1 仪器、试剂与色谱条件

仪器: 高效液相色谱仪: Shimadzu LC-6A, 紫外检测器: SPD-6A, 数据处理机: C-R3A, QC-50 超声波振荡器: 上海超声波仪器厂; 自动纯水蒸馏器: 上海玻璃仪器一厂。

试剂: 甲醇为 HPLC 级, 重蒸水(自制)。

对照品: 紫杉醇为美国 Sigma 公司产品。

供试品: 东北紫杉提取物由浙江省医学科学院药物研究所提供。

色谱条件: 色谱柱: Shim-pack CLC-ODS ($\phi 6.0 \times 150$ mm); 检测波长: UV 227 nm; 流动相: 甲醇-水(65:35), 超声脱气 30 min; 流速: 0.5 ml/min; 柱温: 30°C; 吸收度范围: 0.08 AUFS; 记录纸速: 0.5 cm/min。

2 实验方法与结果

2.1 线性关系测定: 精密称取紫杉醇对照品适量, 用甲醇溶解, 使成每 1 ml 中含有 1000 μ g 的溶液, 作为贮备液。精密量取上述紫杉醇标准贮备液 2 ml 置 10 ml 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为标准工作液。取紫杉醇标准工作液在选定的色谱条件下, 分别进样 5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 μ l, 记录色谱峰。经计算, 求得回归方程为:

$$Y(\times 10^6 \text{ sec} \cdot \mu\text{v}) = 1.992X - 0.012$$

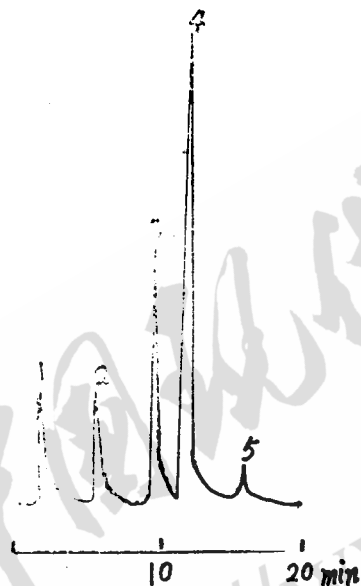
$$r = 0.9999$$

2.2 回收率试验: 照供试品测定项下操作, 在同一份已知浓度的供试品溶液中, 分别加入不同量的紫杉醇对照品, 依法测定, 计算回收率为: 99.32 ± 0.56 ($n = 5$)。

2.3 供试品测定: 精密称取供试品适量(约相当于含紫杉醇 1 mg), 置 10 ml 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀; 精密量取此液 2 ml, 置 10 ml 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 取此液进样 10 μ l, 记录色谱峰, 按外标法计算出紫杉醇含量, 结果见表 1 和图 1。

表 1 供试品紫杉醇含量测定及精密度试验结果

批号	分析次数	平均含量	s	CV
	(n)	(%)		(%)
930724	5	59.96	0.96	0.96
930810	5	58.63	0.75	0.57
930903	5	57.81	0.58	0.58
930914	5	54.65	0.69	0.69
930929	5	57.25	0.81	0.81
931610	5	59.21	0.47	0.47



1、2、3、5——杂质峰 4——Taxol

图1 RP HPLC 图谱

2.4 精密度考察: 对同一份样品, 在相同条件下, 连续进样5次, 计算出变异系数(CV), 结果见表1。

3 讨 论

3.1 流动相电甲醇—水(65:35)组成, 能使紫杉醇和杂质组分达到较好的分离。

3.2 平均回收率为99.32%, 重现性试验变异系数均小于1%, 说明本法准确度、精密度较好。

3.3 本法操作简便, 完成一次分析仅需20 min, 适用于常规分析, 亦可用作紫杉醇制剂含量分析和溶出度测定。

收稿日期: 1994-09-01