

当归调经露中芍药甙的HPLC测定

张贵伍 孙立新 (哈尔滨中药二厂科研所, 哈尔滨 150001)

吕秀莲 (黑龙江中医学院药厂, 哈尔滨 150040)

摘要 采用反相高效液相色谱外标定量方法对当归调经露中的白芍所含的芍药甙进行了含量测定。以乙腈:0.1%磷酸水溶液(15:85)为流动相, 在 243 nm 处检测。结果重现性好, 操作简便, 有利于生产时控制白芍药材和成品的质量。

关键词 芍药甙 当归调经露 反相高效液相色谱法

当归调经露是由当归、川芎、白芍和熟地四味药经加工提取制成的, 具有活血化瘀、调经补血的功效, 临床上用于治疗月经不调等妇科疾病。文献中多有报道测定当归、川芎中阿魏酸的含量, 但因两味药都含有阿魏酸, 生产中控制标准比较困难。而白芍具有养血敛阴、调经止痛的作用, 为主要药味之一, 白芍中所含的芍药甙为主要有效成分, 故

采用高效液相法对芍药甙进行了含量测定。结果重现性好, 操作简便, 有利于生产时控制白芍药材和成品质量。

1 仪器与试剂

美国 RAININ SD-200型泵(三元高压梯度)
UV-D I型检测器
Macintosh 微机控制及数据处理系统

甲醇、乙醚、乙腈、磷酸均为分析纯
芍药甙：中国药品生物制品检定所提供
当归调经露：按厂工艺实验室自制

2 色谱条件

色谱柱：Microsorb-MV, C_{18} (4.6×250mm)
洗脱条件：乙腈:0.1% 磷酸水溶液(15:85);
流速:1.5 ml/min; 检测时间:10 min; 检测波长:243 nm; AUFS: 0.1; 定量方法:外标峰面积法。

3 供试品溶液的制备:

准确吸取供试品溶液10 ml于分液漏斗中,加入10 ml乙醚萃取二次,取下层水层,吸取1 ml于10 ml容量瓶中,加50%甲醇水溶液稀释至刻度,摇匀,用0.45 μ m微孔滤膜过滤,滤液作为供试品溶液。

4 对照品溶液的制备:

精密称取芍药甙对照品2 mg,加50%甲醇水溶液定容至10 ml量瓶中,作为对照品溶液。

5 阴性对照液的制备:

从处方中除去白芍,按成品工艺制成阴性对照样品,并按供试液制备项下方法制成阴性对照液。

6 检测波长的选择:

取芍药甙稀释液,测定UV吸收图谱,结果在波长243 nm处有最大吸收,故检测波长定为243 nm。

7 线性范围和标准曲线:

精密吸取芍药甙对照品溶液(0.210 mg/ml)1 ml,用50%甲醇水溶液定容于10 ml量瓶中,分别吸取5 μ l、10 μ l、20 μ l进样。再吸取芍药甙对照品溶液各5 μ l、10 μ l、20 μ l进样,测定结果表明芍药甙在0.105~4.2 μ g之间呈良好的线性关系。回归方程为: $y = 2.86 \times 10^5 x + 2.40 \times 10^4$ $r = 0.9992$ 。保留时间为7.7 min左右。

8 精密度测定:

精密吸取供试品溶液10 μ l,并且连续进样五次,RSD为0.63%。

9 稳定性测定:

精密吸取供试品溶液10 μ l,进样,并且每天测定一次,连续测定五天,RSD为0.86%。

10 干扰性测定:

吸取阴性对照液10 μ l,进样,结果在7.7 min

左右没有吸收峰。

11 回收率测定:

准确吸取5 ml阴性样品液,用蒸馏水稀释至25 ml,分别准确吸取9 ml、8 ml、7 ml、6 ml稀释液,分别精密加入1 ml、2 ml、3 ml、4 ml对照品液(0.210 mg/ml),摇匀,分别用乙醚10 ml萃取两次,取下层水层,准确吸取5 ml于10 ml容量瓶中,用50%甲醇水溶液定容,0.45 μ m微孔滤膜过滤,精密吸取20 μ l进样,连续测定四次,取平均积分值。同时将对照品液稀释5倍,各精密吸取5 μ l、10 μ l、15 μ l、20 μ l进样,连续测定四次,取平均积分值,根据回收液峰面积平均积分值与对应的稀释对照品液峰面积平均积分值计算,结果见表1。

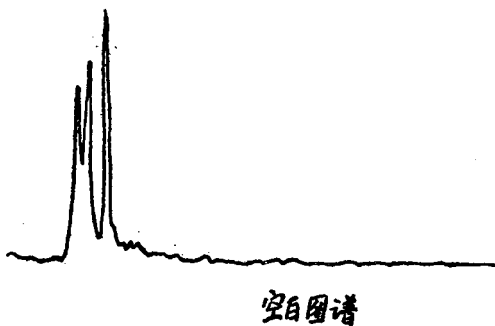
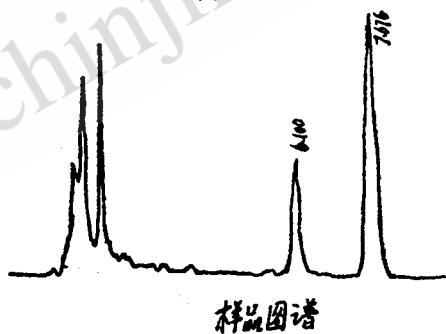
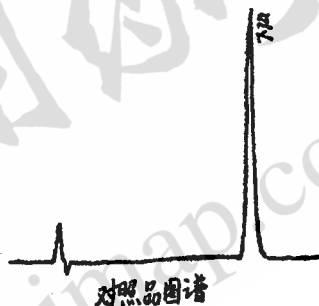


表1 回收率测定结果

编号	稀释对照品液 平均积分值	回收液 平均积分值	平均回收率 (%)
1	646630	624192	96.53
2	1252103	1225308	97.86
3	1891639	1825810	96.52
4	2472393	2425912	98.12

$\bar{x} = 97.26\%$
 $RSD = 0.88\%$

12 样品的测定:

取样品四批,按供试品溶液的制备方法制备,吸取10 μ l,进样,采用外标峰面积法计算含量,结果见表2。

13 讨论:

采用 RP-HPLC 法测定当归调经露中芍药甙

表2 样品测定结果

样品批号	940621	940809	941022	941103
芍药甙含量(mg/ml)	2.875	2.710	2.594	2.764

的含量,整个过程只需10 min 便可完成,且芍药甙峰分离度好,而无白芍的阴性液在该处无吸收峰,表明专属性强,且色谱图中芍药甙吸收峰比其它组分峰明显大,具有典型、简便、快速的特点,有利于生产中控制白芍药材及成品质量,故此方法值得推广应用。

附图谱:

收稿日期:1996-01-10