

高效液相色谱法测定妇宝口服液中芍药苷的含量

丘海轶(广东省深圳市宝安区光明医院,广东 深圳 518107)

摘要:目的 制订妇宝口服液中芍药苷的含量测定方法。方法 采用高效液相色谱法,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,甲醇-异丙醇-醋酸-水(26:3:3:74)为流动相,检测波长为230nm。结果 芍药苷在0.071~0.852 μ g范围内线性关系良好,平均回收率为98.42%,RSD为1.98%。结论 该方法简单、可靠、准确,可用于该制剂的含量控制。

关键词:妇宝口服液;芍药苷;高效液相色谱法

中图分类号:R917.792.1

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2006)07-0664-02

妇宝口服液是由当归、川芎、白芍、熟地黄4味药材制成的口服制剂,具有调经养血之功能,用于营血虚弱,月经不调。芍药苷是方中主药白芍的主要成分。为了有效地控制其质量,本实验采用高效液相色谱法^[1]测定芍药苷的含量,取得了满意的结果。

1 仪器与试药

高效液相色谱仪系统包括 Waters600 泵、SPD-10A 紫外-可变波长检测器及 U6K 进样阀;C-R2AX 数据处理机。芍药苷对照品由中国药品生物制品检定所提供;乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 含量测定

2.1 色谱条件 色谱柱: HYPERSIL ODS2(250mm $\times$ 4.6mm,5 μ m);流动相: 甲醇-异丙醇-醋酸-水(26:3:3:74);流速:1.0mL/min;检测波长为230nm;柱温35 $^{\circ}$ C,理论板数按芍药苷峰应不低于2000。

2.2 样品处理 精密量取本品20mL,加入已处理好的中性氧化铝柱^[2](100~200目,10g, $\varnothing$ 11mm)上,用50%甲醇90mL洗脱,收集洗脱液,置10mL量瓶中,加50%甲醇至刻度,摇匀,微孔膜滤过即得。

2.3 色谱分离 在上述色谱条件下,芍药苷的保留时间约为12min,与共存的其他成分分离良好。

2.4 阴性空白试验 按处方比例及工艺自制不含白芍的阴

性空白样品,按供试品溶液的制备方法处理,测定结果表明,处方中其他药材和辅料不干扰测定。

2.5 标准曲线的测定 精密称取芍药苷对照品 7.10mg 于 10mL 量瓶中加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,即得 71.0 mg/L 精密吸取 1.0,2.0,4.0,6.0,8.0,10.0,12.0 μ L,按上述色谱方法进行分析,测定峰面积.以对照品的量(μ g)为横坐标(X),对照品峰面积(A)为纵坐标(Y),得回归方程: $Y = 2453.72X + 157.46$,相关系数 $r = 0.9998$,线性范围为 0.0710 ~ 0.8520 μ g。

2.6 精密度试验 量取样品 10mL,精密吸取 10 μ L,在上述色谱条件下连续进样 5 次,分别测定芍药苷峰面积,结果 $RSD = 1.85\%$ 。

2.7 重复性试验 取同一批样品,精密量取 6 份,分别依法进行含量测定,结果测得含量平均值为 1.815g/L,相对标准偏差 $RSD = 1.93\%$ 。

2.8 稳定性试验 取同一份供试品溶液分别在配制后 0,1,2,3,6,12,24h 进样测定,结果测得芍药苷峰面积的 RSD 为 1.72%,表明供试品溶液在 24 h 内芍药苷含量稳定。

2.9 加样回收率试验 精密量取本品 6 份,分别精密加入

芍药苷对照品适量,分别按供试品溶液制备项下的方法处理后进样测定并计算回收率,结果测得平均回收率为 98.42%, $RSD = 1.98\%$ 。

2.10 样品测定 取试制的 3 批样品,分别照供试品方法和色谱条件测定,以外标法计算含量,其结果分别为 1.803, 1.826, 1.814g/L。

3 讨论

采用高效液相色谱法测定芍药苷的含量,关键在于如何根据制剂的具体情况有效地排除其他成分的干扰,本试验采用中性氧化铝柱进行样品的前处理,能有效除去干扰芍药苷测定的大量杂质,使色谱分离的效果良好,从而控制测定的精密度。本方法操作简单,结果理想、可靠。

参考文献

- [1] 中国药典(二部)[S].2005 年版附录 28.
- [2] 杜小伟,赵惠萍,张小茜. HPLC 法测定健步验身丸中芍药苷的含量[J]. 中国中医药信息杂志,2004,11(5):414.

收稿日期:2006-05-10