

HPLC 法测定产益口服液中芍药苷的含量

杨天鸣, 张志海, 盖 静

(兰州军区药品仪器检验所, 甘肃 兰州 730050)

[关键词] 药物分析; 产益口服液; 芍药苷; 高效液相色谱法

[中图分类号] R 917 [文献标识码] B [文章编号] 1007-8622(2011)02-0148-01

产益口服液具有温经散寒, 养血化瘀, 使恶露畅行, 小腹冷痛自愈等功效。本实验采用高效液相色谱法测定该制剂中芍药苷的含量, 方法可控性强, 灵敏度高, 结果准确可靠。

1 仪器与试剂

Agilent-1100 高效液相色谱仪; VWD 紫外检测器(美国)。芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110736-200526); 产益口服液(解放军第五医院, 批准文号: 兰联制字(2001)FP05013 号, 批号: 050112、050621、051018)。甲醇、乙腈为色谱纯, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Agilent C18(4.6 mm × 250.0 mm, 5 μm), 流动相: 乙腈-甲醇-水-磷酸(7: 15: 78: 0.025), 流速: 1.0 ml/min, 检测波长: 230 nm, 进样量: 10 μl。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取芍药苷对照品 5.64 mg, 置 50 ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得(含芍药苷 0.1 mg/ml)。

2.3 供试品溶液的制备: 精密吸取本品 5 ml, 置 50 ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 以 0.45 μm 的微孔滤膜滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

2.4 线性关系考察: 精密吸取对照品溶液 1.0、3.0、5.0、7.0、9.0 ml, 分别置 10 ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。按上述色谱条件一次进样 10 μl, 测得峰面积。以芍药苷的浓度为横坐标, 以测得的峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 芍药苷在 10.24~90.25 μg/ml 范围内呈良好线性关系。

2.5 阴性溶液的制备及试验: 按处方及其制备工艺, 制得不含白芍的供试品, 并按供试品溶液的制备方法制得阴性溶液, 按上述色谱条件测定, 结果阴性溶液在芍药苷出峰的位置无干扰峰出现。

2.6 精密度试验: 取对照品溶液, 按上述色谱条件连续进样 5 次, 测得芍药苷平均峰面积为 831.29, 其中 RSD = 0.4%。

2.7 重复性试验: 取同一批号(050112)样品溶液 5 份, 连续进样 5 次, 得平均含量为: 1.6167 mg/ml, RSD = 1.36%。

2.8 稳定性试验: 精密量取供试品溶液 10 μl, 在 0、2、4、6、8 h 分别进样测定, 平均含量为 1.6328 mg/ml, RSD = 0.42%, 表明芍药苷在 8 h 内稳定。

2.9 加样回收率试验: 精密量取已知含量的同一批号为

(050112)的样品 6 份, 分别精密加入对照品 1.0 ml, 按供试品溶液制备方法制得供试品溶液, 按上述色谱条件测定, 计算加样回收率, 结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果(n=6)

样品中含量 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 %	平均回收率 %	RSD %
171	113	280	98.59		
171	113	283	99.65		
171	113	277	97.54	98.36	0.91
171	113	279	98.24		
171	113	281	98.94		
171	113	276	97.18		

2.10 样品测定: 分别精密吸取本品 2 ml, 置 50 ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 以 0.45 μm 的微孔滤膜滤过, 取续滤液作为供试品溶液。吸取供试品溶液各 10 μl, 分别注入高效液相色谱仪, 按上述色谱条件进行测定, 测得峰面积。以外标法计算供试品中芍药苷的含量, 三批样品(批号分别为 050112, 050621, 051018)的测定结果为 1.6328 mg/ml, 1.5222 mg/ml, 1.6047 mg/ml。

3 讨论

芍药苷一般在流动相乙腈-磷酸-甲醇-磷酸等系统^[1,2]中均能有效分离, 但产益口服液由白芍、当归、桃仁、益母草、川芎等 7 味中药组成, 其组分多, 成分较为复杂。实验中通过对不同流动相的选择、调整。在乙腈-甲醇-水-磷酸系统中, 对色谱峰的分度度、峰形等均有较好的效果, 处方中的其他药材成分对芍药苷含量测定也没有干扰。

该制剂处方中的主要药材为当归、白芍, 我们曾拟同时测定阿魏酸和芍药苷作为质量控制指标, 但三批实验样品中阿魏酸的含量差异很大, 可能是阿魏酸在水溶液中的稳定性较差或由于制备工艺、溶剂用量等因素的影响所致, 故只选取芍药苷的含量来控制质量。结果表明, 本研究采用 HPLC 法测定产益口服液中芍药苷的含量来控制其内在质量, 方法简便、准确, 可作为该制剂的含量测定方法。

【参考文献】

- [1] 凌宁生, 孙 婕. 白芍中芍药苷测定方法比较[J]. 中草药, 2004, 35(12): 1372.
- [2] 郭春燕, 张万明. HPLC 法测定桃红四物汤中芍药苷和梓醇的含量[J]. 中草药, 2004, 35(7): 756.

(收稿日期: 2010-08-29)