

HPLC 法测定妇炎康分散片中芍药苷的含量

★ 黄亦梅 (浙江省富阳市人民医院 富阳 311400)

关键词:芍药苷;含量测定;HPLC 法;妇炎康分散片

中图分类号:TQ 460.7⁺2 文献标识码:A

1 仪器与试剂

PE Series 200 高效液相色谱仪, C₁₈ 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 柱温为室温, 流动相为乙腈-0.15% 磷酸溶液 (70:30), 检测波长为 230 nm, 流速 1 mL/min。

妇炎康分散片 (040415, 上海兴健生物科技有限公司), 芍药苷对照品 (中国药品生物制品检定所) 甲醇色谱纯, 乙醇均为分析纯。

2 方法

2.1 检测波长的选择 将芍药苷对照品甲醇溶液于紫外分光光度仪上, 在波长 200~400 nm 范围内测得其最大吸收峰为 λ_{max} = 230 nm, 故本标准选择 λ_{max} = 230 nm。

2.2 提取条件的选择 (1) 提取溶剂及提取方式的比较: 参考文献, 精密称取妇炎康分散片 (040415) 内容物适量, 分别选用甲醇超声、乙醇超声、50% 乙醇超声进行提取, 放冷加溶剂, 定容, 摇匀, 静置, 用 0.45 μm 的微孔滤膜滤过, 取续滤液按含量测定项下方法进行测定, 结果甲醇超声提取含量为 1.972 mg/g, 乙醇超声提取含量为 1.960 mg/g, 以甲醇提取其提取率较高, 故本标准选用甲醇为提取溶剂。

(2) 提取时间的比较: 精密称取妇炎康分散片内容物适量, 置 50 mL 容量瓶中分别加入甲醇 40 mL, 进行超声提取 15、20、30、40 分钟, 放冷加溶剂至刻度, 摇匀, 静置, 用 0.45 μm 的微孔滤膜滤过, 取续滤液按含量测定项下方法进行测定, 结果提取 15、20、30、40 分钟时的含量分别为 1.902、1.931、1.968、1.977 mg/g, 综合时间效益, 以超声提取 30 分钟较为合适。

2.3 色谱条件的选择 采用乙腈-0.1% 磷酸溶液-三乙胺 (12:88:0.1)、乙腈-0.01% 磷酸溶液 (10:90)、乙腈-0.01% 磷酸溶液-四氢呋喃 (20:80:0.1) 3 种条件进行检测, 结果乙腈-0.1% 磷酸溶液-三乙胺 (12:88:0.1) 最好, 分离可以, 保留时间适中, 且样品中的芍药苷达到基线分离。

2.4 标准曲线的绘制 精密称取芍药苷对照品 9.8 mg, 加甲醇适量溶解并定容至 50 mL, 精密吸取上述溶液 0、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mL, 用甲醇稀释至 10 mL, 摇匀, 每一浓度标样进样 20 μL, 结果显示芍药苷在 9.8~58.8 μg/mL 之间

呈良好的线性关系, 回归方程为 $Y = 14\,043X - 6\,752$, $r = 0.999\,4$ 。

2.5 供试品溶液的制备 取本品 5 包, 混匀, 精密称取 0.6 g, 置 100 mL 三角瓶中, 加甲醇 (50, 40, 30 mL), 超声处理 (20, 15, 10 分钟), 过滤, 合并滤液, 取 20 mL 甲醇分两次淋洗, 滤渣, 合并滤液, 水浴浓缩定容至 25 mL 量瓶中, 摇匀, 用 0.45 μm 的微孔膜滤过, 即得。

2.6 对照品溶液的制备 精密称取芍药苷对照品适量, 用甲醇配制成每 1 mL 含 30 μg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.7 空白试验 取缺芍药阴性样品 0.5 g, 照样品含量测定项下提取, 按上述色谱条件分析。与对照品相应的位置上, 无明显其它峰出现。结果证明阴性样品对该试验无干扰。

2.8 精密度试验 取同一对照品溶液反复进样 5 次, 结果平均峰面积为 474 048, $RSD = 0.51\%$ 。

2.9 稳定性试验 精密称取妇炎康分散片 (040415) 内容物适量, 置 25 mL 容量瓶中分别加入甲醇 20 mL, 进行超声提取 30 分钟, 定容, 放置 0、2、4、8、12、24 小时, 进样。测得含量为 1.970 5、1.897 4、1.984 4、2.011 1、2.005 4、1.964 1 mg/g, $RSD = 2.08\%$, 结果表明样品在 24 小时内稳定。

2.10 重现性试验 按拟定的方法对同一批样品 (040415) 进行 6 次独立的测定, 结果平均含量为 2.02 mg/g, $RSD = 2.29\%$ 。

2.11 回收率测定 精密称取一已知含量的供试品 (040415), 分别添加芍药苷对照品 (浓度为 0.85 mg/mL) 1 mL, 按上述的方法制成供试品溶液, 依法进行测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率试验

次数	样品原有量 /mg	标样加入量 /mg	测得量 /mg	回收量 /mg	回收率 (%)	平均 回收率	RSD
1	0.608 222	0.85	1.456	0.847 778	99.74	99.59%	2.45%
2	0.601 556	0.85	1.467 7	0.866 144	101.90		
3	0.628 624	0.85	1.451 2	0.822 576	96.77		
4	0.636 502	0.85	1.461 2	0.824 698	97.02		
5	0.603 778	0.85	1.477 1	0.873 322	102.74		
6	0.611 858	0.85	1.456 7	0.844 842	99.39		

(收稿日期: 2006-02-13)