

HPLC 法测定玉屏风口服液中升麻苷和 5-O-甲基维斯阿米醇苷含量

★ 张嬉涛 王玉红 (江西南昌济生制药厂 南昌 330115)

关键词:升麻苷;5-O-甲基维斯阿米醇苷;玉屏风口服液;HPLC 法

中图分类号:TQ 460.7 文献标识码:B

玉屏风口服液收载于《中国药典》2005 版一部,是由黄芪、防风、白术 3 味药材制成的中成药口服液,具有益气、固表、止汗等功效,临床用于表虚不固,自汗恶风,面色㿔白,或体虚易感风邪者。该制剂标准中目前有黄芪甲苷含量测定,防风药材有 5-O-甲基维斯阿米醇苷的液相鉴别而无含量测定,但在《中国药典》2005 版一部中收载有防风药材的含量测定,故尝试测定该中药制剂成品中防风的含量,以便控制其质量。本文采用高效液相色谱法,对制剂中升麻苷和 5-O-甲基维斯阿米醇苷进行含量测定,结果满意。

1 仪器与试剂

仪器:Water 高效液相色谱仪;配有 Waters717 全自动进样器、Waters600 泵、Waters2487 紫外检测器和 Empower 色谱数据工作站。

试剂:升麻苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品(中国药品生物制品检定所);玉屏风口服溶液(江西南昌济生制药厂,批号 060312、060333、060507);甲醇为色谱纯,水为双重蒸馏水。

2 色谱条件

色谱柱:Alltech C_{18} 柱(5 μ m, 250 mm $\times$ 4.6 mm);流动相为甲醇-水(35:65);流速:1 mL/min;检测波长:254 nm;柱温:35 $^{\circ}$ C。

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备 精密称取升麻苷对照品和 5-O-甲基维斯阿米醇对照品适量,分别加甲醇制成每 1 mL 各含 24 μ g 的溶液,即得。

3.2 供试品溶液的制备 精密量取本品 1 mL 至 10 mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,离心,滤过,即得。

3.3 阴性对照溶液的制备 按处方比例和工艺制备不含防风的阴性样品,照供试品制备方法制备阴性样品溶液,即得。

3.4 系统适应性试验 在上述色谱条件下测定,结果表明,理论塔板数以升麻苷峰计算为 4300,以 5-O-甲基维斯阿米醇苷峰计算为 7060,阴性样品对测定无干扰。

3.5 线性关系考察 精密称取升麻苷对照品和 5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 各含 24.08 μ g

和 25.4 μ g 的溶液。分别精密吸取 2.0、4.0、8.0、10.0、16.0、20.0 μ L 注入液相色谱仪,测定峰面积,以对照品的进样量(μ g)为纵坐标,峰面积为横坐标,得升麻苷的回归方程为: $Y=1.02 \times 10^{-6}X-1.65 \times 10^{-3}$, $r=0.9989$,线性范围为 0.048 16~0.481 6 μ g;5-O-甲基维斯阿米醇苷的回归方程为: $Y=4.94 \times 10^{-7}X+9.71 \times 10^{-4}$, $r=0.9997$,线性范围为 0.050 8~0.508 μ g。

3.6 精密度试验 精密吸取上述对照品溶液 10 μ L,连续进样 5 次,分别测定其峰面积,结果升麻苷和 5-O-甲基维斯阿米醇苷的 RSD 分别为 0.4% 和 0.3%。

3.7 重复性试验 取同一样品,按供试品制备方法制备 5 份供试品,依法测定,计算得升麻苷平均含量为 0.133 32 mg/mL(RSD=0.6%),5-O-甲基维斯阿米醇苷平均含量为 0.157 4 mg/mL(RSD=0.9%)。

3.8 稳定性试验 取同一份供试品溶液,开始每隔 2 小时进行测定,测定 4 次,再在 24 小时和 48 小时各测定 1 次,结果 6 次测定升麻苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷的峰面积基本不变,RSD 分别为 0.5% 和 0.7%,表明供试品溶液在 48 小时内稳定。

3.9 样品的测定 取 3 批玉屏风口服液样品,按 3.2 项下方法制备供试品溶液各 3 份,按上述色谱条件测定含量,结果分别为:批号 060312 样品中升麻苷含量为 0.133 2 mg/mL(RSD=0.6%),5-O-甲基维斯阿米醇苷含量为 0.157 4 mg/mL(RSD=0.9%);批号 060333 样品中升麻苷含量为 0.148 6 mg/mL(RSD=0.7%),5-O-甲基维斯阿米醇苷含量为 0.163 3 mg/mL(RSD=1.0%);批号 060507 样品中升麻苷含量为 0.120 5 mg/mL(RSD=1.2%),5-O-甲基维斯阿米醇苷含量 0.138 7 mg/mL(RSD=0.8%)。

3.8 加样回收试验 取已测定含量的样品 6 份,分别精密加入升麻苷和 5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品溶液,按 3.2 项下方法操作,测定,计算加样回收率,结果升麻苷平均回收率 98.35%,RSD=0.7%($n=6$),5-O-甲基维斯阿米醇苷平均回收率为 98.87%,RSD=0.4%($n=6$)。

(收稿日期:2006-05-24)