

高效液相色谱法测定任通注射液中药药甙含量

天津市第一中心医院急研所(300192) 赵 辉*

摘要 任通注射液是本院临床应用多年的确有疗效的制剂,主治心脑血管病变及多脏器衰竭。由赤芍、当归、川芎等6味中药组成,其主要成分为芍药甙,作者用高效液相色谱法测定了芍药甙含量,以控制注射剂质量。

关键词 任通注射液 芍药甙 高效液相色谱法 含量测定

任通注射液是天津市第一中心医院临床多年的医院制剂,由赤芍、当归、川芎等6味药经提取加工精制而成。其功能为抗炎、抗凝血,主治心脑血管病变及多脏器衰竭。赤芍具有抗菌抗炎、解痉镇痛的作用,其主要成分为芍药甙,故选用反相-高效液相色谱法〔李章万,等.药物分析杂志,1990,10(6):331〕测定其含量,以控制注射液的质量。

1 仪器与试剂

Shimadzu LC-6A高效液相色谱仪,C-R3A数据处理仪,SPD-6AV型紫外检测器,CTO-3A柱式恒温炉。柠檬酸为优级纯,其它试剂均为分析纯,芍药甙对照品购自中国药品生物制品检定所。任通注射液由天津市第一中心医院急研所制剂室生产。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:Waters不锈钢柱壳(3.9mm×30cm),YWG C₁₈(10μm)天津试剂二厂填料,流动相为柠檬酸水溶液(0.005mol/L)-异丙醇-甲醇(73:2:25),流速0.01ml/min,柱温25℃,检测波长240nm,量程0.32AUFS。

2.2 标准液的配制:精密称取芍药甙对照品8.22mg,置10ml容量瓶中,加50%的甲醇溶液定容至刻度,摇匀;精密吸取1ml,置10ml容量瓶中,加50%的甲醇溶液定容至刻度,摇匀。

2.3 标准曲线的绘制:精密吸取芍药甙对照液4,8,12,16,20μl分别进样,以进样量为横坐标,以峰面积为纵坐标作标准曲线,回归方程为 $Y = -0.004 + 2.46X$, $r = 0.9999$,线性关系良好。

2.4 精密度实验:精密吸取芍药甙对照液8μl,连续5次进样,测得峰面积,得变异系数0.3%。

2.5 样品的阴性对照实验:将制剂成方中除赤芍外其它药味按制剂工艺制成阴性液;将赤芍单味药按制剂工艺制成阳性液;将阴性、阳性样品液、复方制剂及对照品,按供试样品液配制方法(见2.6)分别配制后,分别精密吸取8μl进样。所得色谱图见图。

2.6 样品测定:精密吸取任通注射液样品1ml,置10ml容量瓶中,加50%的甲醇溶液定容至刻度,摇匀;精密吸取1ml,置10ml容量瓶中,用50%的甲醇溶液定容至刻度,摇匀,作为样品供试液。测定时分别精密吸取样品、供试液8μl及对照品溶液8μl,进样,测定,结果见表。

芍药甙含量计算公式:

* Address: Zhao Hui, Tianjin Municipal First Center Hospital, Tianjin

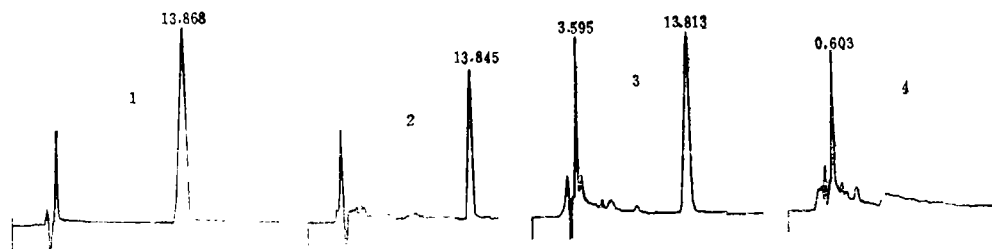


图 样品的高效液相色谱图

1-芍药甙 2-任通注射液 3-阳性对照 4-阴性对照

$$C = \frac{A_{\text{样}}/A_{\text{对}} \times m_{\text{对}} \times 1000}{V_{\text{样}} \times 1000} \text{ (mg/ml)}$$

式中C-任通注射液中的芍药甙含量 (mg/ml), $A_{\text{样}}$ -任通注射液样品峰面积, $A_{\text{对}}$ -任通注射液的对照品峰面积, $m_{\text{对}}$ -任通注射液的对照品进样量 (μg), $V_{\text{样}}$ -任通注射液的样品进样量 (μl)。

2.7 回收率实验:精密吸取样品供试液1ml置10ml容量瓶中,加50%的甲醇溶液定容至刻度,摇匀;精密吸取0.5ml,再精密吸取标准液0.5ml,将2种溶液置于同一10ml容量瓶中,加50%的甲醇溶液定容至刻度,摇匀,作为加样供试液。测定时分别准确吸取对照品溶液8 μl ,样品供试液6~10 μl 及加样供试液6~10 μl ,进样,测定。测得回收率为103.1%,CV=1.1% (n=5)。

3 讨论

色谱系统性实验按中国药典90版一部附录59页色谱法项下系统性试验有关规定操作。理论塔板数以芍药甙峰计不低于2000,分离度符合规定即可。

(1994-12-14收稿)

表 任通注射液中芍药甙的含量测定数据

批号	含量 (mg/lml)	含量平均值 (mg/lml)
911214	7.8	7.6
	7.9	
	8.0	
911215	8.1	8.2
	8.3	
	8.1	
911216	5.2	5.1
	5.0	
	5.1	
911217	6.1	6.1
	6.1	
	6.2	

上海市清华科技函授学院中医函授院招生

经上海市教育局批准面向全国招生。免试入学,学制2年,选用全国高等中医院函授教材,确保大专水平。各科均由专家教授执教和精心辅导。并负责解答学员提出的疑难问题,与全国高等教育中医专业自学考试紧密相配合。凡高中或初中以上均可报名,来函至上海085—314信箱中医函授学院李琳,简章备案。邮编200085。