

HPLC法测定乌鸡白凤片中芍药苷的含量

刘静红,王淑芬*

(天津市药材集团公司,天津 300050)

乌鸡白凤片系根据乌鸡白凤丸改剂型而得,为治疗妇科疾病的传统方剂。为了控制产品内在的质量,本研究采用 HPLC法测定其中芍药苷的含量,用于产品的常规分析检验。

1 仪器与试药

美国 SP-8810高效液相色谱仪;甲醇为色谱用试剂;水为去离子水;其它试剂均为分析纯。芍药苷对照品由中国药品生物制品检定所提供;乌鸡白凤片由天津中新药业集团技术中心提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱为 ODS(4.6 mm×250 mm, 10 μm),流动相为甲醇-水-冰醋酸(28:72:1),检测波长为 232 nm。理论塔板数按芍药苷峰计算应不低于 2 000。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取芍药苷对照品 10 mg,置 100 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3 供试品溶液的制备:取本品 10片,精密称定重量,研细混匀后,精密称取 0.6 g,置 25 mL量瓶中,加甲醇适量超声提取 30 min,加甲醇稀释至刻度,摇匀,取上清液作为供试品溶液。

2.4 标准曲线的绘制:精密吸取一系列对照品溶液的稀释液,按上述色谱条件进样,测定,以峰面积积分值(X)为横坐标,芍药苷的量(Y)为纵坐标,绘制标准曲线,计算得回归方程为: $Y = 6.48 \times 10^{-6} X + 0.02978$, $r = 0.9996$ 。表明芍药苷的量在 0.1~2.4 μg 范围内具有良好的线性关系。

2.5 稳定性试验:精密吸取上述供试品溶液,每隔 2 h注入液相色谱仪,测定峰面积。结果 8 h内稳定, RSD 为 1.61% ($n = 5$)。

2.6 精密度试验:精密吸取上述对照品溶液,重复进样 5次,芍药苷对照品峰面积的 RSD 为 0.75% ($n = 5$)。

2.7 重现性试验:取同批号供试品,按上述芍药苷含量测定方法重复检测 5次, RSD 为 1.26% ($n = 5$)。

2.8 回收率试验:采用加样回收法,精密称取已知含量的乌鸡白凤片,分别精密添加一定量的芍药苷对照品,按上述方法进行测定,计算得平均回收率为 98.60%, RSD 为 0.91% ($n = 5$)。

2.9 供试品测定:分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5~10 μL注入液相色谱仪,测定峰面积,以外标法计算,结果见表 1。

表 1 乌鸡白凤片中芍药苷测定结果 ($n = 3$)

批号	芍药苷 (mg/片)	RSD (%)
9512001	1.165	1.23
9512002	1.055	1.02
9512003	1.260	1.36
9603001	1.332	0.45
9603002	1.393	0.30
9603003	1.405	0.29
9703001	1.412	0.47
9704001	1.260	0.38
9704002	1.297	0.85
9704003	1.361	0.32

3 讨论

芍药苷溶于甲醇、乙醇、水,我们考察了不同提取溶媒(甲醇、乙醇、水各比例),结果基本相同,因为甲醇提取溶媒的杂质少,故选用甲醇为提取溶媒。考察了不同超声提取时间 30, 45, 60 min 所得的芍药苷含量,结果基本一致,故选用超声提取 30 min 的方法。

对芍药药材进行 HPLC法含量测定摸索时,采用水为提取溶媒,其它色谱条件同前,测得的芍药苷含量最高。

采用甲醇-水(40:60)、甲醇-水-冰醋酸(28:72:1)作为流动相,结果表明采用甲醇-水-冰醋酸(28:72:1)分离效果最佳。