

高效液相色谱法测定增乳膏中芍药苷的含量

吴丽璇 (漳州片仔癀药业股份有限公司 福建漳州 363000)

摘要 目的: 建立增乳膏中芍药苷的含量测定方法。**方法:** 高效液相色谱法测定增乳膏中芍药苷的含量。选用 Ultimate™ XB-C₁₈ 色谱柱(250mm×4.6mm,5μm);乙腈-0.1%磷酸(14:86)为流动相;流速0.8ml·min⁻¹检测波长230nm。**结果:** 芍药苷在0.10~1.97μg范围内线性关系良好($r=0.9998$),平均回收率为100.2%,RSD 0.7%($n=6$)。**结论:** 方法简便,快速,准确,可用于增乳膏中芍药苷的含量测定。

关键词 芍药苷;增乳膏;高效液相色谱法

中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1008-049X(2009)09-1259-02

Determination of Paeoniflorin in Zengru Ointment by HPLC

Wu Lixuan (Zhangzhou Pientzehuang Pharmaceutical Co. Ltd, Fujian, Zhangzhou 363000, China)

ABSTRACT Objective: To establish the content determination method of paeoniflorin in zengru ointment. **Method:** HPLC was performed on Ultimate™ XB-C₁₈ column(250mm×4.6mm,5μm) with the acetonitrile - 0.1% phosphoric acid solution (14:86) as mobile phase, the flow rate was 0.8ml·min⁻¹, the detection wavelength was 230nm. **Result:** the linear range was 0.10 - 1.97μg ($r=0.9998$) for paeoniflorin, the average recovery was 100.2% RSD 0.7% ($n=6$). **Conclusion:** This method is simple, quick and accurate, it can be used for quality control of zengru ointment.

KEY WORDS Paeoniflorin; Zengru ointment. ;HPLC

增乳膏收载于国家药品标准 WS-5163 (B-0163)-2002^[1],是由白芍、当归、通草、川芎、益母草等八味中药制成的煎膏剂,具有补血活血,通络催乳的作用。其主要成分为芍药苷。原标准中含量测定项下“用高效液相色谱法测定芍药苷的含量”中的前提取方法可导致芍药苷的流失而使芍药苷的测定结果偏低,且在操作上也过于繁琐。现采用甲醇超声提取的方法建立了高效液相色谱法测定增乳膏中芍药苷的含量^[2]。此方法既简便且芍药苷的提取完全。

1 仪器与试剂

Agilent-1200 高效液相色谱仪包括:真空脱气机,四元梯度泵,自动进样器,紫外检测器,柱温箱,Agilent1200-工作站;超纯水器(Sartorius);超声波发生器(Elma 820/H);针筒式微孔滤器(0.45μm)。

芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所提供,供含量测定用,批号:110736-200731),甲醇、乙腈为色谱纯,水为超纯水,磷酸为分析纯。增乳膏为本公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Ultimate™ XB-C₁₈柱(250mm×4.6mm,5μm);流动相:乙腈-0.1%磷酸溶液(14:86);检测波长230nm;柱温:20℃;流速:0.8ml·min⁻¹;进样量:5μl。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取芍药苷对照品适量,置100ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成每1ml含芍药苷0.1mg的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

取本品3g,精密称定,至25ml量瓶中,加甲醇20ml超声

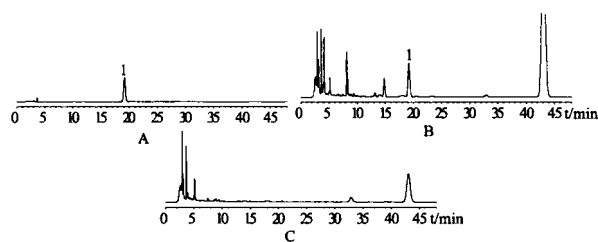
处理(300W,35KHz)30min,放冷,加甲醇至刻度,摇匀,过滤,取续滤液即得。

2.4 阴性样品溶液的制备

取不含白芍的阴性样品照“2.3”项下方法制备阴性样品溶液。

2.5 干扰试验

分别吸取芍药苷对照品溶液、供试品溶液与阴性样品溶液各5μl,注入高效液相色谱仪测定,结果表明阴性样品溶液对测定无干扰。见图1。



A. 对照品 B. 供试品 C. 阴性样品 1. 芍药苷
图1 HPLC 色谱图

2.6 线性关系考察

精密称取芍药苷对照品适量,加甲醇溶解,制成每ml含0.09839mg的对照溶液。精密吸取1,2,4,6,8,10,20μl,注入色谱仪,记录色谱图,以对照品进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,经线性回归,回归方程 $Y=1271X+23.2$, $r=0.9998$,表明芍药苷在0.10~1.97μg范围内呈良好的线性关系。

2.7 精密度试验

精密吸取每1ml含98.39μg的对照品溶液5μl,连续注入液相色谱仪7次,按上述色谱条件测定峰面积,RSD为

作者简介:吴丽璇,女,主管药师,主要从事药物分析及研究。 E-mail: wxuan001@163.com

1.5% (n=7), 表明仪器精密度良好。

2.8 稳定性试验

取批号(0807005)的供试品溶液, 分别在制备后0, 2, 4, 6, 8, 10, 16h 进样, 5 μ l, 按上述色谱条件测定峰面积。RSD 为0.8% (n=7), 表明供试品溶液放置16h 稳定。

2.9 重复性实验

取同一批号(0807005)的供试品5份, “2.3”项方法制备供试液, 进样5 μ l 测定, 芍药苷含量为0.97mg \cdot g⁻¹, RSD 为0.4% (n=5), 表明该方法重复性良好。

2.10 回收率试验

取已知含量批号为(0807005)样品6份, 约2g, 精密称定, 再精密加入一定量芍药苷对照品, 照“2.3”项下方法制备供试液, 进样5 μ l 测定, 并计算回收率, 结果见表1。

表1 芍药苷回收率试验(n=6)

样品重量(g)	样品中的含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
2.1575	2.09	2.10	4.22	101.43		
2.0872	2.02	2.10	4.11	99.52		
2.0963	2.03	2.10	4.15	100.95	100.2	0.7
2.0215	1.96	2.10	4.07	100.48		
2.0434	1.98	2.10	4.06	99.05		
2.1678	2.10	2.10	4.21	100.48		

2.11 样品含量测定

按“2.3”项下方法制备供试液, 进样5 μ l 测定峰面积, 照

外标法(峰面积)计算样品含量, 结果见表2。

表2 增乳膏六批样品含量测定结果

批号	芍药苷含量(mg \cdot g ⁻¹)	批号	芍药苷含量(mg \cdot g ⁻¹)
0707001	0.47	0805004	1.37
0801002	0.72	0807005	0.97
0803003	1.20	0810006	0.86

3 讨论

3.1 提取溶剂的选择

实验分别选择用不同极性的溶剂对批号0807005的样品进行提取。分别是选用①水洗脱样品过D₁₀₁大孔树脂, 再用乙醇洗脱后, 收集乙醇洗脱液, 蒸干, 再用甲醇溶解提取; ②稀乙醇超声提取; ③乙醇超声提取; ④甲醇超声提取。结果表明用甲醇提取样品较完全。

3.2 提取时间的选择

实验分别采用不同的时间加甲醇超声提取, 分别为30, 45, 60 min。结果表明用甲醇超声提取30 min 就能将芍药苷提取完全。

参 考 文 献

1 国家药品标准[S]. WS-5163(B-0163)-2002

2 中国药典[S]. 2005年版. 一部. 68-69

(2008-11-19 收稿 2009-04-13 修回)

HPLC 法同时测定地氯滴耳液中氯霉素和地塞米松磷酸钠的含量

唐坤 (桂林医学院附属医院药剂科 广西桂林 541001) 李卫强 (桂林医学院药学院 2008 届毕业生)

摘要 目的: 建立 HPLC 法同时测定地氯滴耳液中主要成分氯霉素和地塞米松磷酸钠含量的方法。**方法:** 采用依利特 C₁₈ (250mm \times 4.6mm, 5 μ m) 为色谱柱, 流动相为甲醇-乙腈-水(60:10:30), 流速0.5 ml \cdot min⁻¹, 检测波长240nm。**结果:** 氯霉素检测浓度在25.03~250.33 μ g \cdot ml⁻¹ 范围内线性关系良好($r=0.9999$), 平均回收率为99.92% ($RSD=0.21\%$); 地塞米松磷酸钠在5.01~50.13 μ g \cdot ml⁻¹ 范围内线性关系良好($r=0.9998$), 平均回收率为99.48% ($RSD=0.61\%$)。**结论:** 本法快速、准确, 可作为该制剂含量测定方法。

关键词 高效液相色谱法; 氯霉素; 地塞米松磷酸钠; 含量测定

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1008-049X(2009)09-1260-03

Determination the Content of Chloramphenicol and Dexamethasone Sodium Phosphate in Dilv Auristilla by HPLC

Tang Kun, Li Weiqiang (Dept. of Pharmacy, Affiliated Hospital of Guilin Medical College, Guilin 541001, China)

ABSTRACT Objective: To establish a method for the simultaneous determination of chloramphenicol and dexamethasone sodium phosphate in Dilv Auristilla by HPLC. **Method:** The colum was YiLiTe C₁₈ (250mm \times 4.6mm, 5 μ m). The mobile phase was methanol-actetitrile-water(60:10:30), The flow rate was 0.5 ml \cdot min⁻¹ and detection wave length was 240nm. **Result:** The linear range of chloramphenicol was 25.03–250.33 μ g \cdot ml⁻¹ ($r=0.9999$) and that of dexamethasone sodium phosphate was 5.01–50.13 μ g \cdot ml⁻¹ ($r=0.9997$). The sample's recoveries were 99.92%, $RSD=0.21\%$ and 99.48%, $RSD=0.61\%$ respectively ($n=3$). **Conclusion:** This method is rapid, simple, and accurate, which is suitable for the content of this preparation.

KEY WORDS HPLC; Chloramphenicol; Dexamethasone sodium phosphate; Content determination