

更年期女宝片中芍药苷的HPLC测定

查道成¹, 贾书阳², 张朝民¹

(1. 南阳中医药学校, 河南 南阳 473061; 2. 河南省宛西制药股份有限公司, 河南 西峡 474550)

摘要: 研究更年期女宝片的质量标准, 采用HPLC测定更年期女宝片中芍药苷的含量, 结果灵敏度高, 重现性好, 可作为更年期女宝片中芍药苷的含量测定方法及更年期女宝的质量标准。

关键词: 更年期女宝; 芍药苷; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** B **文章编号:** 1005-9903(2003)04-0020-02

更年期女宝片是国家级三类新药, 具有补肾益脾, 补肝益血, 活血之效, 用于妇女血瘀及更年期综合症。其中赤芍是作用于肝血的主要药物, 而芍药苷又是赤芍的主要活性成分, 据报道其含量测定方法有高效液相色谱法^[1], 薄层扫描法^[2], 由于复方中药制剂组方复杂, 为了有效地控制药品质量, 我们对其中的芍药苷进行定量测定, 以便于更好地控制药品质量。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 美国惠普HP110型高效液相色谱仪、HP1100系列单元泵、VWD紫外检测器、HP3395数据处理机。

1.2 试剂 甲醇、乙醇(均为分析纯级)、蒸馏水(自制)。

1.3 对照品芍药苷 购自中国药品生物制品检定所, 批号(882-200001), 纯度为99.9%。

1.4 样品 宛西制药股份有限公司制

2 方法及结果

2.1 色谱条件 色谱柱 HYPERSILODS 柱(4mm × 250mm, 10μm); 流动相为甲醇-水(29:74), 流速为0.9ml/min; 检测波长为230nm。

2.2 供试品溶液的制备 取更年期女宝片5片, 除去糖衣, 研细, 精密称定2.5g, 加入无水乙醇20mL, 超声波处理20min, 滤过, 滤液置水浴上蒸干, 残渣用甲醇溶解, 定容于10ml容量瓶中即得。

2.3 对照品溶液的制备 准确称取对照品芍药苷2.18mg, 用甲醇定容于10ml容量瓶中, 摇匀即得。

2.4 线性考察 依次吸取上述对照品溶液2.0、4.0、6.0、8.0、10.0μl分别进样, 按上述色谱条件进行测定, 以芍药苷进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标,

得回归方程 $y = 1251044x - 99123$, $r = 0.9997$, 结果表明芍药苷的量在0.436-2.180μg范围内与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度考察 精密吸取上述芍药苷对照品溶液4μl, 连续进样6次, 所得6个峰面积数据的 $RSD = 1.79\%$ 。

2.6 重现性 取同批次的更年期女宝片5份, 制成5个供试样品, 分别进样10μl, 测得峰面积值分别为25180694、25380791、25080547、25680912、25980436, $RSD = 1.8\%$ 。

2.7 阴性样品的测试 按处方量称取除赤芍外的其它药材, 按生产工艺处理后制成阴性供试品。以上述方法进行测定, 结果表明在芍药苷峰的位置上无干扰。

2.8 含量测定 取5批次更年期女宝片, 每批次3份, 按供试品溶液制备法处理, 照上述色谱条件测定, 其结果见表1。

表1 更年期女宝片样品含量测定结果

批号	(5片)芍药苷含量(mg)	RSD(n=3)
20010805	1.087	0.3%
20010821	0.994	2.7%
20010927	1.210	0.6%
20011027	1.105	2.5%
20011028	0.989	2.8%
统计分析	$\bar{x} = 1.077$	$RSD = 2.154\%$

2.9 加样回收率试验 精密称定已知含量的样品2.5g, 分别精密加入芍药苷对照品溶液9.8、10.8、11.3、11.8、12.8ml(2.18mg/ml), 按供试品制备方法制备样品, 依上法测定, 结果见表2。

3 讨论

采用高效液相色谱法测定更年期女宝片中芍药苷含量, 其准确性、灵敏度高, 重现性好, 可作为更年期女宝片中芍药苷的含量测定方法及更年期女宝的质量标准。

表2 加样回收率测定结果

序号	原有量 (mg)	添加量 (mg)	测出量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	21.74	21.36	42.95	99.3		
2	21.74	23.54	45.00	98.8		
3	21.74	24.63	45.73	97.4	98.1	1.01
4	21.74	25.72	46.96	98.0		
5	21.74	27.90	48.79	97.0		

参考文献:

- [1] 钱亚南, 刘信顺, 张先芳. HPLC 测定白芍总苷中芍药苷含量[J]. 中药材, 1995, 26(7): 349.
- [2] 杨丽华. 薄层扫描法测定固经丸中芍药苷的含量[J]. 中国中药杂志, 2000, 25(2): 122.