

高效液相色谱法测定肿节风注射液中反丁烯二酸的含量

章光文¹, 王 栋¹, 邹志勇²

(1 江西省药品检验所, 南昌 330046; 2 广东省江门市医药物资公司, 江门 529000)

中图分类号: R284.1 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2001)01-0016-02

肿节风注射液系由单味药材肿节风^[1]制备而成的注射液, 其有效成分为有机酸和黄酮类化合物。为了更好地控制该注射液质量, 我们采用反相高效液相色谱法测定其中有效抗菌成分——反丁烯二酸, 测定方法快速、简便、可行。

1 仪器与试剂

Waters 209 系列高效液相色谱仪, 包括 M486 可见紫外分光检测器、510 泵、M740 处理机、 μ 6k 进样器, H66025T 型超声清洗机(无锡超声电子设备厂)。反丁烯二酸对照品

(江西省药品检验所, 含量不低于 99.0%)。肿节风注射液(江西省贵溪制药厂)。

2 方法

2.1 色谱条件的选择

2.1.1 色谱柱: YWG-C₁₈ (4.6mm × 300mm) (大连物化所), 流动相: 0.16mol/L 磷酸二氢钾, 流速 0.8ml/min, 检测波长 210nm, 柱温: 室温。

2.1.2 流动相的选择 实验比较了同种流动相, 不同 pH 值对分离度的影响, 当 pH = 2.80 时, 化合物能达到基线分离度, $R >$

1.5, 结果见色谱图(见图B)。

2.1.3 空白试验 取辅料按处方制备成空白样品溶液, 取空白溶液 10 μ l, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 结果在对照品反丁烯二酸色谱峰出峰的位置上, 无色谱峰出现, 证明辅料对样品测定无干扰(见图C)。

2.2 提取方法的研究 制剂为注射液, 且辅料对测定峰无干扰, 故采用直接取样方式, 进行测定。

2.3 线性关系的考察 精密称取反丁烯二酸对照品 5.38 mg, 置 100ml 容量瓶中, 用水溶解并稀释至刻度, 摇匀。再精密量取

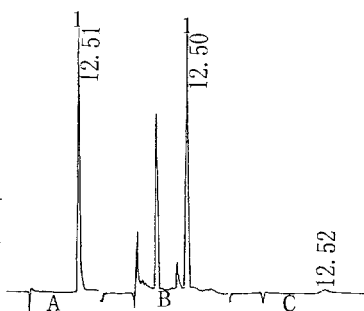


图 HPLC 图谱

A 对照品
B 肿节风注射液
C 空白
1 反丁烯二酸

1.0、5.0、10.0、15.0、20.0ml, 各置 50ml 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。分别吸取 10 μ l, 注入液相色谱仪中, 按上述色谱条件测定对照品峰面积。结果表明: 反丁烯二酸对照品溶液在 1.07~ 21.52 μ g/ml 浓度范围内与峰面积值呈良好的线性关系, 回归方程为: $Y = 65961x + 20240.48$, $r = 0.9996$ 。

2.4 精密度试验 精密吸取对照品溶液 10 μ l, 按上述色谱条件, 重复进样 5 次, 测定每次进样后反丁烯二酸峰的面积值。分别为 740179、747373、743896、756765、741808, 其 RSD 为 0.88%。

2.5 样品加样回收率试验 精密称取反丁烯二酸对照品 0.0307g, 置 100ml 量瓶中, 用水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 备用。

精密吸取样品溶液 5ml, 6 份分别置 50ml 容量瓶中, 再精密吸取对照品溶液各 1ml, 分别置上述容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 按上述含量测定项下方法进行测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 反丁烯二酸回收率测定结果

份数	样品含量(μ g)	加入量(μ g)	测出量(μ g)	回收率(%)	平均回收率(%)
1	239.3	307	536.9	96.94	98.99
2	239.3	307	552.5	102.02	
3	239.3	307	537.2	97.04	
4	239.3	307	548.1	100.59	
5	239.3	307	541.3	98.37	
6	239.3	307	543.2	98.99	

2.6 重复性试验 取注射液(批号: 950702) 5 份。按样品测定项方法进行测定, 测得反丁烯二酸的含量为 48.63、48.09、47.86、48.62、46.12(μ g/ml), 均值为 47.86 μ g/ml, RSD 为 2.2%。

2.7 样品测定 取肿节风注射液 5 批, 分别精密吸取样品 3ml, 一式 2 份, 各置 10ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀; 分别精密吸取对照品溶液与样品溶液各 10 μ l, 注入液相色谱仪中, 按上述色谱条件, 以外标法计算, 5 批样品测定结果见表 2。

表 2 样品测定结果

批号	样品中反丁烯二酸的量(μ g/ml)
950608	32.8
950702	47.9
960911	40.8
960912	36.0
960913	46.7

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 广州: 广东科学技术出版社, 1997. 366

(收稿日期: 1999-06-21)