

# 高效液相色谱法测定兽用阿司匹林片中游离水杨酸

王惠玉, 张佳佳

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

**摘要:** 本文使用悟空 K2025 高效液相色谱仪实现兽用阿司匹林片中游离水杨酸的检查。色谱条件: C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6×250mm, 5μm), 流速为 1.0mL/min, 柱温为 25°C, 进样量为 10μL, 检测波长为 303nm。实验结果: 阿司匹林峰和水杨酸峰的分度为 18.8, 满足《中国兽药典(2020 年版)》中阿司匹林峰和水杨酸峰分度应大于 1.5 的要求; 水杨酸峰的理论塔板数为 14502, 满足《中国兽药典(2020 年版)》中理论塔板数按水杨酸峰计算应不低于 5000 的要求; 供试品中游离水杨酸的含量为 0.65%。因此, Wooking K2025 可以满足兽用阿司匹林片中游离水杨酸检查的需求。

**关键词:** 阿司匹林; 水杨酸

阿司匹林片是一种解热镇痛抗炎药, 为《中国兽药典(2020 年版)》一部中收录的品种, 呈白色片状, 用于普通感冒或流行性感引起的发热, 也用于缓解轻至中度疼痛如头痛、关节痛、偏头痛、牙痛、肌肉痛、神经痛、痛经等。使用 1%冰醋酸的甲醇溶液提取阿司匹林片中的游离水杨酸; 水杨酸在 303nm 处有紫外吸收, 在等度洗脱条件下, 采用高效液相色谱法进行测定。

## 1 试剂与材料

水: 符合 GB/T6682 的一级水;

冰醋酸: 优级纯;

甲醇: 色谱纯;

1%冰醋酸的甲醇溶液: 取冰醋酸(3.2) 10mL, 用甲醇(3.3) 稀释至 1000mL;

乙腈: 色谱纯;

四氢呋喃: 色谱纯;

水杨酸对照品: 纯度为 99.7%;

兽用阿司匹林片试样;

0.22μm 微孔有机滤膜。

## 2 仪器与设备

高效液相色谱仪: K2025 P2 二元高压输液泵、K2025 AS 自动进样器、K2025 CO 柱温

箱、K2025 UVD 紫外-可见光检测器、Wookinglab 色谱工作站；

分析天平：精确到 0.0001g；

涡旋振荡器；

容量瓶：50mL、100mL，棕色带刻度。

### 3 测定步骤

#### 3.1 溶液配制

供试品溶液的配制：精密称取阿司匹林片细粉适量（约相当于阿司匹林0.5g），置于100mL容量瓶中，用1%冰醋酸的甲醇溶液（3.4）振摇使阿司匹林溶解，并稀释至刻度，摇匀，用0.22 $\mu$ m微孔有机滤膜过滤，取续滤液，作为供试品溶液；

对照品溶液的配制：精密称取水杨酸对照品（3.7）约15mg，置于50mL容量瓶中，加1%冰醋酸的甲醇溶液（3.4）溶解并稀释至刻度，摇匀；精密量取5mL，置于100mL容量瓶中，用1%冰醋酸的甲醇溶液（3.4）稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。

#### 3.2 色谱条件

- 色谱柱：C<sub>18</sub> 色谱柱，4.6×250mm，5 $\mu$ m 或者相当的色谱柱；
- 流动相：乙腈-四氢呋喃-冰醋酸-水（20:5:5:70）；
- 柱温：25°C；
- 进样量：10 $\mu$ L；
- 流速：1.0mL/min；
- 波长：303nm。

### 4 结果

#### 4.1 供试品溶液的色谱图

按照上述色谱条件进行采集，供试品溶液的色谱图如图 1 所示，积分结果如表 1 所示。

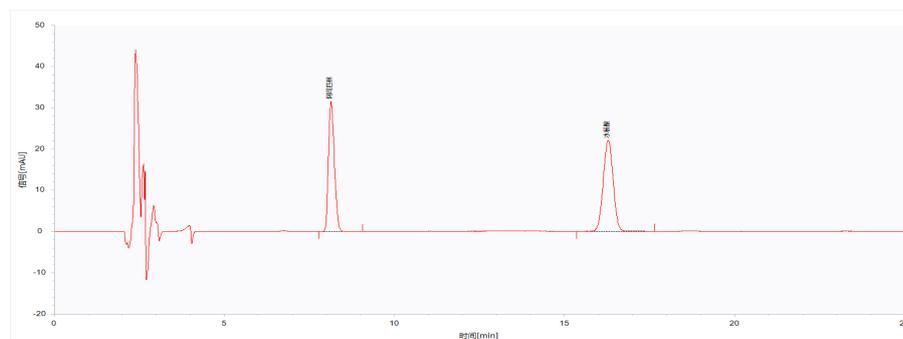


图 1 供试品溶液的色谱图

表 1 供试品溶液色谱图积分结果表

目标物	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.s)	峰高 (mAU)	理论塔板 数	分离度	对称/拖尾因 子
阿司匹林	8.142	382.448	31.511	10101	-	1.29
水杨酸	16.292	448.107	22.050	14489	18.8	1.02

由表 1 中数据可知，阿司匹林峰和水杨酸峰的分离度为 18.8，满足《中国兽药典（2020 年版）》中阿司匹林峰和水杨酸峰分离度应大于 1.5 的要求。

#### 4.2 对照品溶液的色谱图

按照上述色谱条件（5.2）进行采集，对照品溶液的色谱图如图 2 所示，积分结果如表 2 所示。

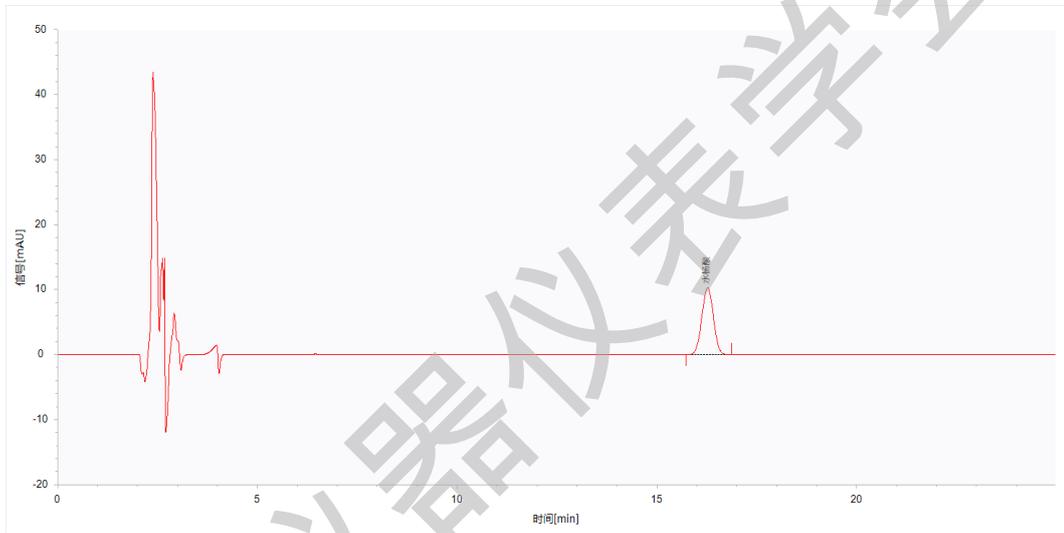


图 2 对照品溶液的色谱图

表 2 对照品溶液色谱图积分结果表

目标物	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.s)	峰高 (mAU)	理论塔板 数	分离度	对称/拖尾因 子
水杨酸	16.283	207.765	10.281	14502	-	1.00

由表 2 中数据可知，水杨酸峰的理论塔板数为 14502，满足《中国兽药典（2020 年版）》中理论塔板数按水杨酸峰计算应不低于 5000 的要求。

#### 4.3 游离水杨酸的检查

将供试品溶液按照上述色谱条件（5.2）进行测定，得到色谱图（如图 1 所示），依据公式（1）计算供试品中游离水杨酸的含量。

$$\omega = \frac{C_0 \times S_i \times V}{S_0 \times m \times 10^6} \times 100 \text{---公式 (1)}$$

式中： $\omega$ ---为供试品中游离水杨酸的含量，单位为百分数（%）；

$C_0$ ---为水杨酸对照品的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$S_0$ ---为对照品色谱图中水杨酸的峰面积；

$S_1$ ---为供试品色谱图中游离水杨酸的峰面积；

$V$ ---为试样的定容体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ---为试样的质量，单位为克（g）；

$10^6$  和  $100$ ---为换算系数。

经计算，供试品中游离水杨酸的含量为 0.65%。

## 5 结论

通过对供试品溶液和对照品溶液进行测定，实验结果：阿司匹林峰和水杨酸峰的分度为 18.8，满足《中国兽药典（2020 年版）》中阿司匹林峰和水杨酸峰分离度应大于 1.5 的要求；水杨酸峰的理论塔板数为 14502，满足《中国兽药典（2020 年版）》中理论塔板数按水杨酸峰计算应不低于 5000 的要求；供试品中游离水杨酸的含量为 0.65%。因此，Wooking K2025 可以满足兽用阿司匹林片中游离水杨酸检查的需求。