

HPLC 法测定复方芍药冲剂中芍药苷的含量

张卫东 吴 民 龚占海(克拉玛依 834000 新疆石油管理局职工总医院)

复方芍药冲剂是由白芍、黄芪、甘草、熟地等八味中药制成，具有滋阴补气，壮骨强体等功效。临床用于治疗年老多病、体质虚弱等症，效果显著。由于制剂所含成分复杂，给质量控制带来困难，采用 HPLC 法，使用 ODS 柱，以甲醇-水为流动相，测定了该制剂中芍药苷的含量，取得满意结果。

1 仪器、样品与试剂

岛津 LC-6A 型高效液相色谱仪；SPD6AV 紫外检测器；CR-3A 型色谱处理机；美国 Dupont Zorbax ODS 柱 (5mm×25cm)。

芍药苷标准品是由中国药品生物制品检定所提供的。

样品(批号为 990307、990310、990314)由新疆石油管理局职工总医院药剂科提供。

甲醇为色谱纯，水为重蒸馏水，其余试剂均为分析纯。

2 芍药苷含量测定

2.1 对照品溶液的制备：精密称取芍药苷对照品适量，加甲醇溶解制成每 1ml 含 0.08mg 的溶液，作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备：取复方芍药冲剂适量置乳钵中研细，精密称取粉末 2g，置 100ml 碘量瓶中，加甲醇 30ml 超声提取半小时，过滤，容器和残渣用 20ml 甲醇冲洗，合并洗液，浓缩，经 45μm 微孔滤膜过滤后，用甲醇定容至 10ml 即得。

2.3 色谱条件：色谱柱 Shimadzu (LC-ODS 柱 Ø 5mm×25cm)；流动相：甲醇-水 (30:70)；检测波长 233nm；灵敏度 0.16AUFS。进样：10μl。

2.4 标准曲线的制备：精密吸取芍药苷对照品溶液 (0.08 mg/ml) 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0ml 置 10ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度。精密量取 10μl 注入液相色谱仪，以芍药苷浓度 (ug/ml) 为横坐标，峰面积为纵坐标，进行回归，回归方程 $Y=0.3715X+0.127$ 相关系数 (r) = 0.9994。结果表明在 8—48ug/ml 范围内呈良好的线性关系。

2.5 加样回收实验：取同一批号已知含量的样品 5 份，加入等量芍药苷标准品 (0.24mg)，同前法制备成供试品溶液并测定芍药含量，计算回收率为 100.7% RSD = 2.24%。

2.6 空白干扰实验：按复方芍药冲剂处方称取除白芍的中药材适量，照冲剂的工艺制成阴性对照品，用与样品相同的色谱条件测定，结果见图 1；同时测定复方芍药冲剂样品，结果见图 2。图 1 与图 2 比较可见，复方芍药冲剂中其它各成分对芍药苷的测定无干扰。

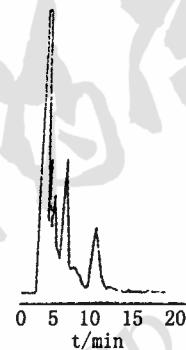


图 1 阴性样品 HPLC 图谱



图 2 复方芍药冲剂 HPLC 图谱

2.7 样品含量测量定：取对照品溶液和定容后的从试品溶液各 10μl 注入液相色谱仪，按外标法计算芍药苷含量，结果见表 1。

表 1 三批样品芍药苷含量测定结果 (mg/g)

批号	测 定 次 数					X (mg/g)	RSD (%)
	1	2	3	4	5		
990307	1.49	1.48	1.52	1.55	1.50	1.51	1.84
990310	1.51	1.47	1.49	1.49	1.51	1.49	1.12
990314	1.48	1.49	1.49	1.54	1.51	1.50	1.59

2.8 精密度试验: 取复方芍药冲剂样品(批号是 990307)连续测定 8 次, 结果 $RSD=1.61\%$, 结果表明本法精密度好。

3 讨论与小结

复方芍药冲剂处方组成复杂, 成分较多, 芍药苷是亲水

性活性成分之一, 在实验中我们对不同提取溶剂对芍药苷的提取效果作了比较, 结果发现不同提取溶剂: 乙醇、50%乙醇、水饱和正丁醇、甲醇中, 以甲醇提取效果最好, 故采用甲醇为浸渍液。

采用外标法测定, 以确保测定的准确性。采用 HPLC 法测定该制剂中芍药苷的含量, 此法准确、灵敏、快速、简便, 能起到控制复方芍药冲剂质量的作用。同时也适用于含有芍药的其它中药制剂中芍药苷的测定。

收稿日期: 2000-03-22