

# 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。

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 45 $\mu$ m 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 Shimadmi (LC-ODS 柱 $\varnothing$ 5mm×25cm);流动相:甲醇-水(30:70);检测波长 233nm;灵敏度 0.16AUFS。进样:10 $\mu$ l。

2.4 标准曲线的制备:精密吸取芍药苷对照品溶液(0.08mg/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 10 $\mu$ l 注入液相色谱仪,以芍药苷浓度( $\mu$ g/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 8-48 $\mu$ g/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 样品含量测定:取对照品溶液和定容后的从试品溶液各 10 $\mu$ l 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