

HPLC法测定神应一号冲剂中芍药苷的含量

天津市长征医院 (300021) 王雷* 王莘
 天津市第三中心医院 蒋东
 渤海石油职工医院 刘卫

摘要 采用 HPLC法,对中药制剂神应一号冲剂中芍药苷的含量进行测定,平均回收率为 99.57%,RSD 为 0.59%。结果表明:用本法测定神应一号冲剂中芍药苷的含量,结果准确、灵敏、方法简便。

关键词 神应一号 冲剂 芍药苷 HPLC法

神应一号冲剂是由我国著名中西医结合治疗皮肤病学的创建者边天羽教授组方而成,主要用于养血补肾、祛风生发,在临床上治疗脂溢性脱发、斑秃、慢性瘙痒性皮肤病与失血后脱发等病。经多年临床应用观察,本处方对于血虚肾亏证有很好的疗效。本方主要由白芍、木瓜、厚朴、菟丝子、熟地黄、女贞子等 11味中药组成,取其浸膏与糊精等赋形剂混合制成冲剂。我们采用 HPLC法对其组分中芍药苷的含量进行测定,其平均回收率为 99.57%,RSD 为 0.59%。试验结果表明,用本法测定该冲剂中芍药苷的含量结果准确灵敏,方法简便易行。

1 仪器与试剂

- 1.1 仪器:日本岛津 LC-6A 高效液相色谱仪。
- 1.2 试剂:芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所提供);乙腈、甲醇均为色谱纯,其它均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: C_{18} 分析柱 (4.6 mm \times 200 mm);流动相:乙腈-甲醇-0.05 mol/L 磷酸二氢钠液 (30:15:55);流速:1 mL/min;检测波长:230 nm;柱温:室温。

2.2 标准溶液的配制:取对照品适量,加 50% 甲醇液,配成浓度为含芍药苷 1.001 mg/mL 的标准溶液备用。

2.3 供试品溶液的配制:取样品两袋,研细,精取 1 g,置 10 mL 容量瓶中,加 50% 甲醇稀释,并置 40 $^{\circ}$ C 水浴中 30 min,充分混匀,离心 10 min (1 300 r/min),用 0.45 μ m 滤膜滤过,备用。

2.4 空白样品液的制备:取除去白芍的其余药材按处方及工艺制备阴性对照样品,并按供试品溶液制

备方法制备空白对照溶液。

2.5 线性关系考察:精密吸取标准溶液 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 mL 置 10 mL 量瓶中,加入甲醇液至刻度。各浓度取样 10 μ L,连续进样 2 次,测定,结果线性关系良好,以芍药苷峰面积 (Y) 对浓度 (X) 作图得一直线,其回归方程为 $Y = 2334.4 + 678.101X$, $r = 0.9998$ 。芍药苷在 25~200 μ g/mL 范围内线性关系良好,其保留时间为 6.79 min。

2.6 精密试验:测定已知浓度的对照品溶液多份,计算所测浓度的相对标准差,日内测定 RSD 为 1.13%,日间测定 RSD 为 2.08%。

2.7 回收试验:精密量取芍药苷 1 mg,加入精密量取的空白样品液中,并充分混合,按“2.3”供试品溶液制备方法制备样品,精密吸取 10 μ L,连续 3 次进样,按“2.1”色谱条件测定,其平均回收率为 99.57%,RSD 为 0.59%。

2.8 样品测定:精取样品供试液 10 μ L,连续进样 3 次,按“2.1”色谱条件测定。

表 1 样品测定结果

批号	1	2	3
平均含量(mg)	3.87	3.52	3.60
RSD	3.01	2.95	3.23

3 结果与讨论

本样品由于是颗粒剂,故在样品供试液的配制过程中,应进行膜过滤,并在有条件的基础上,通过预柱后,再进入 C_{18} 柱进行分析。本法测定中药中芍药苷的含量,其方法简便易行,结果准确、灵敏,基本上能够满足该颗粒剂含量测定的要求。

(1999-12-30 收稿)

* Address: Wang Lei, Tianjin Changzheng Hospital, Tianjin

王雷 现任职于天津市长征医院药剂科,大学本科毕业,学士学位,主管药师,主要从事医院制剂的检验等工作。