

# HPLC 法测定十全大补酒中芍药苷的含量

李鸿勇, 吕情花, 罗晨曲

(娄底市药品检验所, 湖南娄底 417000)

**[摘要]** 目的: 建立十全大补酒中芍药苷的含量测定方法。方法: 采用反相高效液相色谱法, Diamonsil C<sub>18</sub> (200 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-水-冰醋酸(12:87:1); 检测波长为 230 nm; 流速 1.00 ml/min; 柱温 25℃。结果: 芍药苷在 0.205 0~4.100 0 μg 范围内呈良好的线性关系,  $r=0.999\ 8$ ; 平均回收率为 99.2%,  $RSD=0.6\%(n=9)$ 。结论: 所建立的方法简便、快速、准确, 可用于十全大补酒的质量控制。

**[关键词]** 十全大补酒; 芍药苷; HPLC

**[中图分类号]** R917

**[文献标识码]** A

**[文章编号]** 1673-7210(2007)09(b)-104-02

## Content determination of paeoniflorin in Shiquandabu Vinum by HPLC

LI Hong-yong, LV Qing-hua, LUO Chen-qu

(Loudi Institute for Drug control, Loudi 417000, China)

**[Abstract] Objective:** To establish a HPLC method for content determination of paeoniflorin in Shiquandabu Vinum.

**Methods:** Diamonsil C<sub>18</sub>(200 mm×4.6 mm, 5 μm), column temperature of 25℃, mobile phase composed of acetonitrile-water-glacial acetic acid (12:87:1) were adopted. Detective wavelength was 230 nm and flow rate was 1.00 ml/min. **Results:** The linear range was 0.205 0~4.100 0 μg,  $r=0.999\ 8$ . The average recovery of paeoniflorin was 99.2% with  $RSD$  of 0.6%( $n=6$ ). **Conclusion:** This method is simple and rapid. It can be used in the quality control of Shiquandabu Vinum.

**[Key words]** Shiquandabu Vinum; Paeoniflorin; HPLC

十全大补酒为卫生部药品标准中药成方制剂第四册收载的品种<sup>[1]</sup>, 由党参、白芍、川芎、黄芪等 10 味中药组成, 用于气血两虚, 面色苍白, 气短心悸, 头晕自汗, 体倦乏力, 四肢大温, 月经量多等症。本品原标准中仅有常规检查项, 现采用 HPLC 法对芍药苷进行定量分析, 获得较满意结果。

### 1 仪器与试药

Waters 高效液相色谱仪 (Waters 1525 HPLC Pump, Waters 2487 Detector, Waters 717Plus Autosampler); 1500 恒温箱; Empower 色谱工作站。

芍药苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 110736-200422); 十全大补酒 (江西心正药业有限责任公司, 批号 20050402、20061204); 水为 I 级纯化水; 乙腈 (HPLC 用); 其他试剂为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件

Diamonsil C<sub>18</sub> (200 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-水-冰醋酸(12:87:1); 检测波长为 230 nm; 流速 1.00 ml/min; 柱温 25℃。

#### 2.2 对照品贮备液的配制

精密称取经 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 减压干燥 24 h 的芍药苷对照品 20.50 mg, 加 50% 甲醇溶解并稀释至 25.00 ml, 摇匀, 作为对照品贮备液。

#### 2.3 供试品溶液的配制

取本品 10.00 ml, 加水 10 ml, 摇匀, 用水饱和的正丁醇振摇提取 4 次 (20、20、20、10 ml), 合并正丁醇液, 蒸干, 残渣加 50% 甲醇溶解至 25.00 ml。

#### 2.4 系统适应性试验

在上述色谱条件下测定, 结果表明: 理论板数以芍药苷

峰计算为 12 287, 阴性对照测定无扰。色谱图见图 1。

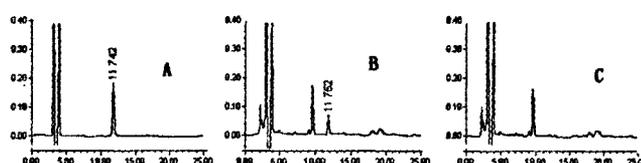


图 1 各溶液的色谱行为图 (A 对照品溶液; B 供试品溶液; C 阴性对照液)

### 2.5 线性关系的考察

精密量取对照品贮备液 0.25、0.50、1.00、2.50、5.00 ml, 各加 50% 甲醇稀释至 10.00 ml; 分别取上述溶液 10 μl, 各进 5 针, 在上述色谱条件下测定, 以峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标, 计算回归方程, 得:  $Y=1.468\times 10^6 X-3.124\times 10^4$ ,  $r=0.999\ 8$ 。芍药苷进样量在 0.205 0~4.100 0 μg 范围内呈良好的线性关系。

### 2.6 精密性试验

精密吸取对照品溶液 10 μl, 连续进样 5 次, 记录峰面积,  $RSD=1.4\%$ 。

### 2.7 重复性试验

取同一批号 (20061204) 样品, 分别按 2.3 项下的方法制备, 测定其芍药苷平均含量为 0.175 4 mg/ml,  $RSD=1.18\%(n=6)$ 。

### 2.8 稳定性试验

取同一批号 (20061204) 样品, 按 2.3 项下的方法制备, 在 0、6、12 h 各测定 1 次, 记录峰面积,  $RSD=0.36\%$ 。

### 2.9 加样回收试验

精密量取十全大补酒 (20061204) 5 ml, 共 9 份, 分别精密加对照品溶液 (0.406 7 mg/ml) 一定量, 按 2.3 项下的方法制备, 再按上述色谱条件测定, 计算加样回收率。结果见表 1。

# 泰山黄精中微量元素含量的分析测定

张玲,夏作理

(泰山医学院生命科学研究所,山东泰安 271000)

[摘要] 目的:分析测定栽培的泰山黄精中微量元素的含量。方法:用电感耦合等离子发射光谱仪测定栽培泰山黄精中18种微量元素的含量。结果:栽培泰山黄精富含镁、铁、锌、锰、铜、铬等有重要生理活性的微量元素,营养价值极高。结论:从微量元素角度分析,泰山黄精是极具开发价值的药食两用的中草药。

[关键词] 泰山黄精;微量元素

[中图分类号] R917

[文献标识码] A

[文章编号] 1673-7210(2007)09(b)-105-02

## Content determination and analysis of trace elements in *Polygonatum sibiricum* Red.

ZHANG Ling, XIA Zuo-li

(Research Institute of Life Science, Taishan Medicine College, Taian 271000, China)

**[Abstract] Objective:** To determine and analyze the contents of trace elements in *Polygonatum sibiricum* Red. **Methods:** Trace elements in *Polygonatum sibiricum* Red. were determined with inductive coupled plasma emission spectrometer. **Results:** The cultivated *Polygonatum sibiricum* Red. contained Mg, Fe, Zn, Mn, Cu, Cr, and so on, which all had important physiological activities with great nutrition value. **Conclusion:** As a Chinese herbal medicine with important medical and edible values, *Polygonatum sibiricum* Red. should be developed and explored extensively.

[Key words] *Polygonatum sibiricum* Red.; Trace elements

黄精为百合科植物滇黄精(*Polygonatum kingianum* Coll. et Hemsl.)、黄精(*Polygonatum sibiricum* Red.)或多花黄精(*Polygonatum cyrtoneura* Hua)的干燥根茎,按形状不同,分为大黄精、鸡头黄精和姜形黄精<sup>[1]</sup>。泰山黄精为鸡头黄精,是泰山四大名药之一。黄精味甘、性平,归脾、肺、肾经,中医临床上主要用黄精来治疗糖尿病、冠心病、高脂血症、肺结核、淋巴结核、白细胞减少、腹泻、便秘、失眠等多种病症<sup>[2]</sup>。药理研究证实,黄精具有降血糖、降血脂、改善心血管功能、增强免疫力和抑制肿瘤等作用<sup>[3]</sup>。微量元素与人体健康、疾病及中医药的关系十分密切,中药中各种微量元素的含量是决定植物类中药寒、凉、温、热四性的主要因素之一<sup>[4]</sup>。因此,本实验通过电感耦合

等离子发射光谱仪分析测定栽培泰山黄精中微量元素的含量和组成特点,以期从微量元素角度为泰山黄精的药理研究和推广开发提供一定的理论依据。

### 1 仪器与材料

IRIS Intrepid II XSP型电感耦合等离子发射光谱仪(美国热电公司);梅特勒十万分之一电子天平(瑞士);可调温控电热板;电热恒温水浴锅;热恒温鼓风干燥箱。

硝酸和高氯酸为国产优级纯;实验用去离子水为美国Millipore公司生产的超纯水机制备;混合标准溶液来自北京有色金属研究总院(100 μg/ml, GSB 04-1767-2004)。

实验所用黄精购自泰山黄精人工栽培种选育研究与标

表1 加样回收试验(n=9)

| 取样量<br>(ml) | 样品含量<br>(mg) | 加入量<br>(mg) | 测得量<br>(mg) | 回收率<br>(%) | 平均回收率<br>(%) | RSD<br>(%) |
|-------------|--------------|-------------|-------------|------------|--------------|------------|
| 5.00        | 0.883 5      | 0.813 4     | 1.693 9     | 99.7       | 99.2         | 0.6        |
| 5.00        | 0.883 5      | 0.813 4     | 1.698 9     | 100.2      |              |            |
| 5.00        | 0.883 5      | 0.813 4     | 1.695 5     | 99.8       |              |            |
| 5.00        | 0.883 5      | 0.894 7     | 1.770 3     | 99.1       |              |            |
| 5.00        | 0.883 5      | 0.894 7     | 1.771 4     | 99.2       |              |            |
| 5.00        | 0.883 5      | 0.894 7     | 1.769 6     | 99.0       |              |            |
| 5.00        | 0.883 5      | 1.017 0     | 1.887 1     | 98.5       |              |            |
| 5.00        | 0.883 5      | 1.017 0     | 1.885 1     | 98.3       |              |            |
| 5.00        | 0.883 5      | 1.017 0     | 1.889 2     | 98.7       |              |            |

### 2.10 样品测定

取两批样品,按2.3项下方法制备供试品溶液,依法测定。结果见表2。

### 3 讨论

曾采用参考文献<sup>[2]</sup>中的提取方法(取本品10.00 ml 蒸干,

表2 样品含量测定结果

| 批号       | 含量(mg/ml) |
|----------|-----------|
| 20050402 | 0.170 4   |
| 20061204 | 0.176 7   |

残渣加稀乙醇移置50 ml容量瓶中,超声30 min,冷却,再稀释至刻度),进行试验,结果表明杂质峰太多,难以分离。故采用正丁醇提取。

在试验过程中,曾采用甲醇-水(20:80)、乙腈-水(18:82)等多种流动相,色谱峰分离均不理想,而未被采用。经试验摸索,确定乙腈-水-冰醋酸(12:87:1)分离效果好, $t_R$ 及峰型达到理想的效果,而被采用。

### [参考文献]

- [1] 中华人民共和国国家药典委员会. 卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂(第4册). 1991.1.
- [2] 国家药品监督管理局. 国家中成药标准汇编[S]. (中成药地方标准上升国家标准部分)内科气血津液分册, 2002.201.

(收稿日期:2007-07-16)