

# 高效液相色谱法测定血府逐瘀泡腾片中芍药苷含量

孙 静<sup>1</sup>, 仲崇林<sup>2</sup>, 刘诗月<sup>2</sup>

(1. 吉林大学第二附属医院药剂科, 吉林 长春 130041; 2. 吉林省中医药科学院, 吉林 长春 130021)

**摘要:**目的 建立测定血府逐瘀泡腾片中芍药苷含量的高效液相色谱(HPLC)法。方法 以 Diamonsil C<sub>18</sub> 柱(250 mm×4.6 mm 5 μm)为色谱柱, 甲醇-水(35:65)为流动相, 检测波长为 230 nm。结果 芍药苷进样量线性范围为 0.386~1.930 μg( $r=0.9999$ ), 平均回收率为 98.20%,  $RSD=0.74\%$ ( $n=6$ )。结论 该法操作简便, 测定结果准确, 精密度和稳定性良好, 能有效地控制血府逐瘀泡腾片的质量。

**关键词:** 高效液相色谱法; 血府逐瘀泡腾片; 芍药苷

中图分类号 R284.1 R286.0 文献标识码 A 文章编号 1006-4931(2009)19-0033-02

## Determination of Paeoniflorin in Xuefuzhuyu Effervescent Tablet by HPLC

Sun Jing<sup>1</sup>, Zhong Chonglin<sup>2</sup>, Liu Shiyue<sup>2</sup>

(1. Department of Pharmacy, Second Hospital of Jilin University, Changchun, Jilin, China 130041;

2. Jilin Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine and Medical Research, Changchun, Jilin, China 130021)

**Abstract Objective** To develop a HPLC method for determination of paeoniflorin in Xuefuzhuyu Effervescent Tablet. **Methods** HPLC was performed on Diamonsil C<sub>18</sub> column with CH<sub>3</sub>OH-H<sub>2</sub>O(35:65) as the mobile phase. The detection wavelength was 230 nm. **Results** The linear range of paeoniflorin was 0.386 μg-1.930 μg/mL( $r=0.9999$ ). The average recovery rate of paeoniflorin was 98.20%,  $RSD=0.74\%$ ( $n=6$ ). **Conclusion** The method is simple and accurate, which can be used for the quality control of Xuefuzhuyu Effervescent Tablet.

**Key words:** HPLC; Xuefuzhuyu Effervescent Tablet; paeoniflorin

血府逐瘀泡腾片由赤芍等 11 味中药组方, 具有活血化瘀、行气止痛之功效, 用于治疗瘀血内阻、头痛或胸痛、内热瞋闷、失眠多梦、心悸怔忡、急躁善怒。为更好地控制其内在质量, 笔者建立了测定该制剂中芍药苷含量的高效液相色谱(HPLC)法。

### 1 仪器与试剂

LC-10AT<sub>VP</sub> 高效液相色谱仪, 包括 SPD-10A<sub>VP</sub> 检测器(日本岛津公司), N2010 色谱数据工作站(浙江大学智能信息工程研究所)。芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号为 0736-9811, 供含量测定用)。甲醇均为色谱纯, 水为重蒸馏水。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C<sub>18</sub> 柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(35:65); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 230 nm; 灵敏度: 0.01 AUFS; 柱温: 室温。

#### 2.2 溶液制备

精密称取芍药苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 中含芍药苷 96.5 μg 的溶液, 作为对照品溶液。取样品 10 片, 精密称定, 研细, 取粉末约 1.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 密塞, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 10 mL, 蒸干, 加水 2 mL 使溶解, 加于 D<sub>101</sub> 大孔树脂柱(玻璃柱, 内径约 1.5 cm, 柱长约 10 cm, 湿法装柱)上, 以 1.5 mL/min 的流速, 依次用水 50 mL、氨试液 2 mL、水 50 mL 洗柱, 继以 40% 乙醇洗脱, 收集洗脱液 80 mL, 置水浴上蒸干, 残渣以流动相混合溶并转移至 10 mL 量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶

液。按处方组成制备不含赤芍的样品, 同法制备不含赤芍的阴性对照品溶液。

#### 2.3 方法学考察

**系统适用性及阴性干扰试验:** 分别吸取对照品溶液 10 μL、供试品溶液及阴性对照品溶液各 5 μL, 按 2.1 项下色谱条件进行测定。色谱图见图 1。可见, 阴性对照品溶液的色谱图在芍药苷对照品色谱峰相应的保留时间处无干扰峰出现。

**线性关系考察:** 精密吸取对照品溶液 4, 8, 12, 16, 20 μL, 注入高效液相色谱仪, 以峰面积积分值为纵坐标、芍药苷为横坐标进行线性回归, 得回归方程  $Y = -35241.360 + 1349289.119X$ ,  $r = 0.9999$ ( $n=5$ )。结果表明, 芍药苷进样量在 0.386~1.930 μg 范围内与峰面积积分值线性关系良好。

**精密度试验:** 精密吸取同一供试品溶液及对照品溶液, 分别重复进样 5 次。结果的  $RSD$  分别为 0.86% 和 0.79%, 表明仪器精密度良好。

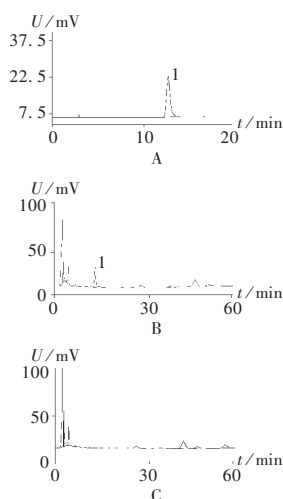
**稳定性试验:** 取同一供试品溶液, 分别于放置 0, 2, 4, 6, 8 h 依法测定芍药苷的含量。结果的  $RSD$  为 1.73%( $n=5$ ), 表明供试品溶液至少在 8 h 内稳定。

**重现性试验:** 取同一批号的样品, 依法平行测定 5 次。结果芍药苷含量分别为 7.546, 7.326, 7.524, 7.547, 7.580 mg/片, 平均 7.505 mg/片,  $RSD$  为 1.36%( $n=5$ )。

**加样回收试验:** 取已知含量的样品 6 份, 精密加入一定量芍药苷对照品, 照供试品溶液制备方法制备溶液并依法测定, 计算回收率。结果见表 1。

表 1 芍药苷加样回收试验结果( $n=6$ )

样品含量(μg)	加入量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	$RSD$ (%)
0.568	0.268	0.829	97.39	98.20	0.74
0.571	0.274	0.841	98.54		
0.565	0.549	1.110	99.27		
0.563	0.558	1.107	97.49		
0.556	0.842	1.386	98.57		
0.548	0.837	1.368	97.97		



1. 芍药苷  
A. 对照品溶液  
B. 供试品溶液  
C. 阴性对照品溶液

图 1 高效液相色谱图

# 复方刺梨合剂的标准研究

方崇波<sup>1</sup> 龚燕波<sup>2</sup>

(1. 浙江省宁波市李惠利医院, 浙江 宁波 315040; 2. 浙江省宁波市第二医院, 浙江 宁波 315040)

**摘要:**目的 建立中药制剂复方刺梨合剂的质量控制方法。方法 用薄层色谱法对主要原料刺梨和苍术进行定性鉴别,并用差示分光光度法测定制剂中的总黄酮含量。结果 薄层色谱中刺梨和苍术各主要斑点清晰,且阴性对照无干扰,制剂的总黄酮质量浓度在 5.06~50.60 μg/mL 范围内与吸收度有良好的线性关系( $r=0.9996$ ),平均回收率为 97.96%,RSD 为 2.73%( $n=6$ )。结论 所用定性定量方法简便、专属性强、重现性好,可作为复方刺梨合剂的质量控制方法。

**关键词:** 复方刺梨合剂;薄层色谱法;差示分光光度法;总黄酮;质量标准

中图分类号 R284.1 R286.0

文献标识码 A

文章编号 1006-4931(2009)19-0034-02

## Study on Quality Standard of Compound Cili Mixture

Fang Chongbo<sup>1</sup>, Gong Yanbo<sup>2</sup>

(1. Ningbo Li Huili Hospital, Ningbo, Zhejiang, China 315040; 2. Ningbo No. 2 Hospital, Ningbo, Zhejiang, China 315040)

**Abstract: Objective** To establish a quality control method of Compound Cili Mixture. **Methods** Rosa roxburghii and Rhizoma Atractylodis were identified by TLC, and the content of total flavonoids was determined by differential spectrophotometry. **Results** The spots of Rosa roxburghii and Rhizoma Atractylodis were very clear in TLC, and the content of total flavonoids had the good linear relation between 5.06 μg/mL and 50.60 μg/mL( $r=0.9996$ ), the average recovery rate was 97.96% (RSD=2.73%,  $n=6$ ). **Conclusion** The established method can be adopted for the quality control of Compound Cili Mixture, and the determination method of total flavonoids is simple, rapid and accurate.

**Key words:** Compound Cili Mixture; TLC; differential spectrophotometry; total flavonoids; quality standard

复方刺梨合剂是医院自制制剂,主要由刺梨和苍术组方,具有健脾燥湿、消食和胃等功效,临床用于治疗食积不化、胃脘胀满、泄泻等症状。方中主药刺梨具有解毒、镇静、调节机体免疫力及抗肿瘤等作用<sup>[1]</sup>。为有效控制该制剂的质量,笔者进行了相关性定量研究,旨在为其质量标准的制订提供依据。

### 1 仪器与试剂

UV 2401 型紫外分光光度计(岛津);FA 1104 型电子天平(上海天平仪器厂);电热恒温水浴锅(上海医疗器械五厂);微量定量毛细管(华西医科大学仪器厂);PBQ-I 型薄层自动铺板仪(重庆南岸新力实验电器厂);ZF-90 型暗箱式紫外透射仪(上海顾村电光仪器厂)。刺梨对照药材(批号为 121512-200501),苍术对照药材(批号为 121018-200406),芦丁对照品(批号为 110831-200602),均购自中国药品生物制品检定所;乙醇(分析纯,浙江杭州双林化工试剂厂);三氯化铝(分析纯,浙江温州东升化工试剂厂);复方刺梨合剂(批号为 20080225、20080321、20080515,宁波市第一医院制剂室);阴性对照样品(按处方工艺自制)。

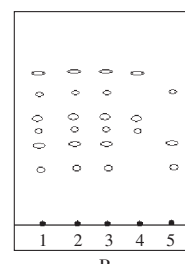
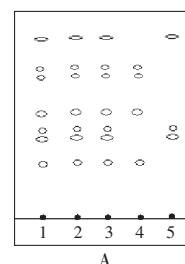
### 2 方法与结果

#### 2.1 定性分析[薄层色谱(TLC)鉴别]

**刺梨:**取样品 10 mL,加水 10 mL,摇匀,用稀盐酸调 pH 至 2,乙酸乙酯振摇提取 2 次,每次 25 mL,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣用甲醇 2 mL 溶解,作为供试品溶液;同法制备不含刺梨的阴性对照品溶液;另取刺梨对照药材 1 g,加水 50 mL,加热至沸并保

持微沸 30 min,放冷,滤过,滤液用稀盐酸调 pH 至 2,乙酸乙酯振摇提取 2 次,每次 25 mL,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣用甲醇 2 mL 溶解,作为对照药材溶液。照 TLC 法[2005 年版《中国药典(一部)》附录 VI B]试验,吸取上述 3 种溶液各 5 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸为展开剂,展距 6 cm,展开后取出,晾干,喷以三氯化铝试液,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置上显相同颜色的荧光斑点,阴性对照品溶液色谱中则无此斑点(图 1A)。

**苍术:**取样品 10 mL,用乙醚振摇提取 3 次,每次 10 mL,合并提取液,蒸干,挥去乙醚,残渣用乙酸乙酯 1 mL 溶解,作为供试品溶液;同法制备不含苍术的阴性对照品溶液;另取苍术对照药材 0.25 g,加乙醚 15 mL,超声处理 15 min,滤过,滤液挥去乙醚,残渣用乙酸乙酯 1 mL 溶解,作为对照药材溶液。照 TLC 法试验,吸取上述 3 种溶液各 5 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯(10:1)为展开剂,展距 4 cm,展开后取出,晾干,再以环己烷为展开剂,展



1-3. 供试品溶液  
4. 对照药材溶液  
5. 阴性对照品溶液  
A. 刺梨 B. 苍术  
图 1 薄层色谱图

#### 2.4 样品含量测定

取 3 批样品,按供试品溶液制备方法制备溶液,依法进样分析,以外标法定量。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果

批号	含量(mg/片)			RSD(%)
	1	2	$\bar{X}$	
070301	7.102	7.179	7.141	0.76
070302	7.541	7.463	7.502	0.74
070303	7.363	7.431	7.397	0.65

### 3 讨论

曾采用与 2005 年版《中国药典(一部)》赤芍含量测定项下相同的处理方法处理样品,色谱分离结果表明,芍药苷色谱峰未能达到基线分离,且杂质峰过多。而将提取溶剂改为甲醇后,通过 D<sub>101</sub> 树脂柱,按照药典规定的色谱条件<sup>[1]</sup>进行试验,效果较好。

#### 参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:化学工业出版社,2005:109.

(收稿日期 2008-12-27;修回日期 2009-04-27)