

# 生药白芍及结核散中芍药甙的反相高效液相色谱法分析

李超生 杜桂芝 潘书洋\* 韩伟亭\* 王兆华 吕天姿\*\*  
(吉林省中医中药研究院 长春 130021)

**摘要** 本文建立了中药白芍及结核散中芍药甙的反相高效液相色谱分析法,该方法具有准确、灵敏、重现性好等特点,可作为中药白芍及结核散的质量控制标准。

**关键词** 白芍 结核散 芍药甙 高效液相色谱法

## Determination of Paeoniflorin in Jieheshan Powder and *Paeonia lactiflora pall.* by RP-HPLC

*Li Chaosheng, Du Guizhi, Pan Shuyang, Han Weiting, Wang Zhaohua, Lu Tianzi*  
(Academy of TCM and Materia Medica of Jilin Province, Changchun, 130021)

**Abstract:** A RP-HPLC method was described for the determination of paeoniflorin in Jieheshan and *Paeonia lactiflora pall.* The sample solution can be injected into a system comprising a column (4.6mmID×25cm) of Alltech C<sub>18</sub> with 24% methanol as mobile phase and a detection wavelength at 243nm. The average recovery was 99.7% and 101.1%, and RSD were 1.667% and 0.313%, respectively.

**Key words:** *Paeoniflorin laetiflora pall.*, Jieheshan powder, paeoniflorin, RP-HPLC.

结核散是由白芍、蛤蚧、贝母、功劳叶、守宫等 12 味中药组方研制的新药,临床上用于治疗淋巴结核、肺结核等结核性疾病。白芍为该复方制剂的君药,为控制药品质量,我们应用反相高效液相色谱法,对白芍中所含芍药甙成分进行定性定量分析。芍药甙的高效液相色谱分析虽已有报道<sup>[1,2]</sup>,但由于该复方制剂水溶性成分复杂,干扰较大,我们通过对分析方法的选择,排除了其它成分的干扰,建立了该复方制剂中芍药甙的反相高效液相色谱测定方法,为药品的质量控制创造了条件。

### 1 仪器、样品与试剂

日本 Shimadzu LC-8A 高效液相色谱

仪,SPD-6A 可变波长紫外检测器,C-R4A 色谱数据处理机。芍药甙:中国药品生物制品检定所产品,高效液相色谱为单一峰。结核散:吉林省中医中药研究院植化室提供,批号为 941222、950206、950403。白芍样品:市售品。分别购于长春中医学院药房、吉林省中医中药研究院药房及医药商店,经吉林省中医中药研究院鉴定为正品。甲醇:色谱纯。水:二次蒸馏水。

### 2 色谱条件

色谱柱:美国 Alltech C<sub>18</sub> 分析柱,25cm×4.6mmID(5μm);流动相:甲醇:水(24:

76);流速:0.7ml/min;检测波长:243nm;理论塔板数:4036;灵敏度:0.16AUFS;纸速:1.0mm/min。

### 3 实验方法与结果

**3.1 对照品溶液的配制** 精密称取干燥至恒重的芍药甙对照品 2mg,定容于 10ml 容量瓶中,配制成 0.2mg/ml 的溶液。

**3.2 标准曲线的制备** 精密量取对照品溶液 3、6、9、12、15 $\mu$ l,分别注入高效液相色谱仪,记录峰面积,用外标法计算含量。芍药甙在 0.6~3.0 $\mu$ g 的范围内呈良好线性关系。回归方程为: $Y = 7497.27x - 138.18$ ,  $r = 0.9992$ 。

**3.3 结核散及生药白芍样品液制备** 精密称取结核散样品 1.4g、生药白芍 1.0g,分别置于 50ml 小烧杯中,加入 75%乙醇溶液 15ml,超声提取 30min,放冷至室温,过滤,滤渣用少量 75%乙醇洗涤,洗液与滤液合并,置于 25ml 容量瓶中,用 75%乙醇稀释至刻度,进样前经 0.45 $\mu$ m 微孔滤膜过滤。

**3.4 精密度和稳定性实验** 分别取结核散样品液及生药样品液各 5 $\mu$ l、3 $\mu$ l,进样层析测定 6 次,精密度分别为  $RSD(\text{结核散}) =$

1.667%,  $RSD(\text{生药}) = 0.313\%$ 。分别取结核散样品液及生药样品液各 5 $\mu$ l、3 $\mu$ l,每间隔一定时间测定,结果表明,在 48h 内,上述两种样品的峰面积基本不变。

**3.5 加样回收率测定** 取已知含量的结核散样品,精密称取 5 份,各约 0.3g,置 50ml 烧杯中,精密加入芍药甙对照品 1.2mg,同上述方法处理,定容于 5ml 容量瓶中,测得 5 次平均回收率为 99.3%,  $RSD$  为 0.681%。精密称取生药白芍样品 5 份,每份约 0.07g,置于 50ml 烧杯中,精密加入芍药甙对照品 1.2mg,定容于 5ml 容量瓶中,测得 5 次平均回收率为 100.7%,  $RSD$  为 1.583%。

**3.6 样品测定** 同上述方法,测得 3 批结核散样品含量分别为 3.256mg/g、3.529mg/g、2.967mg/g;生药白芍含量为 15.52mg/g、11.88mg/g、13.46mg/g。

**3.7 结核散空白实验** 按上述色谱条件测定阴性样品,与结核散样品测定结果相比较,在芍药甙出峰位置无其它干扰。

## 4 讨论

**4.1** 结核散所含成分复杂,在薄层层析时,在芍药甙的对应位置上存在其它成分干扰,无法进行含量测定。采用 HPLC 法测定其中芍药甙的含量可行,为控制此产品的内在质量提供了依据。

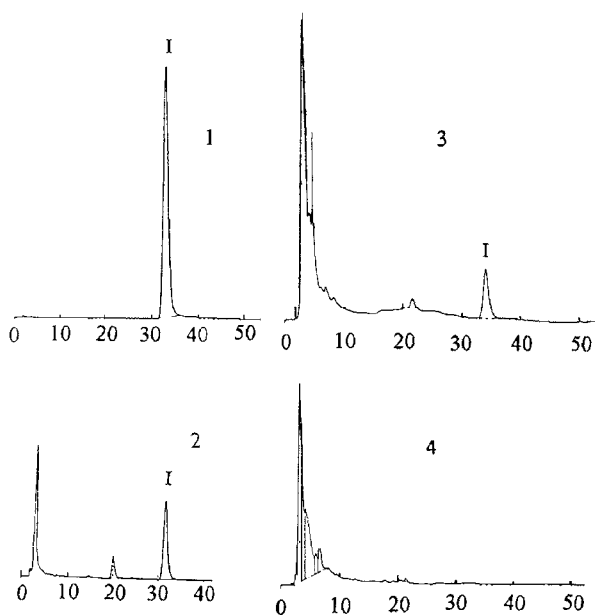
**4.2** 我们试验了多种流动相系统,以甲醇:水(24:76)效果最好。

**4.3** 用 HPLC 法测定结核散中芍药甙含量,方法简单,结果准确,重现性好。

### 参考文献

- 1 王杰民,何怀冰,竺叶青,等.芍药中芍药甙的反相高效液相色谱法测定.中成药,1991,13(4):32
- 2 郭亚建,谭政,洪炳亮,等.小青龙合剂质量控制方法.中国中药杂志,1994,19(1):28

(收稿:1997-06-18)



附图 HPLC 色谱图

- 1、芍药甙对照品 2、中药白芍样品  
3、结核散样品(I为芍药甙) 4、结核散阴性样品