

# 八珍胶囊中芍药苷的高效液相色谱法测定

陶华明<sup>1</sup>, 王隶书<sup>2\*</sup>, 程东岩<sup>2</sup>, 严玉清<sup>3</sup>, 徐满才<sup>1</sup>

(1 湖南师范大学化学化工学院, 湖南 长沙 410081;

2 吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021; 3 吉林省人民医院, 吉林 长春 130021)

**摘要:** 目的: 建立八珍胶囊中芍药苷的含量测定方法。方法: HPLC 法, 流动相: 甲醇-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(28: 72); 检测波长为 230nm; 柱温 30℃。结果: 芍药苷线性范围为 0.32μg~ 1.89μg, 平均回收率 99.1%, RSD 为 1.57%。结论: 方法可靠, 简单可行, 为控制八珍胶囊的内在质量提供了科学依据。

**关键词:** 八珍胶囊; 芍药苷; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2005)05-0020-02

八珍胶囊收载于部颁标准上[WS<sub>3</sub>-156(Z-022)-2003(Z)], 具补气益血之功效。用于气血两虚, 面色萎黄, 食欲不振, 四肢乏力, 月经过多有较好疗效。我们以高效液相色谱法测定了本品处方中白芍的主

要有效成分芍药苷的含量, 为控制其质量提供了科学依据。

## 1 仪器与试剂

岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪, 紫外检测器; 日立 U-3400 型分光光度计; 芍药苷对照品, 由中国药品生物制品检定所购入(供含量测定用, 批号 0703-200117); 八珍胶囊, 本院新药中心剂型研究室制备; 所用试剂乙腈为色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

---

收稿日期: 2004-03-09

通讯作者: 王隶书, Tel(0431) 6816856, E-mail: wls4096@hotmail.

com

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** ODS-C<sub>18</sub>柱(4.6mm × 150mm, 4μm), 以甲醇-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(28: 72)为流动相; 检测波长为 230nm; 柱温 30℃。理论板数按芍药苷计算, 应不低于 2000。在此条件下, 芍药苷和样品中的其它物质可以得到良好的分离, 而阴性液无干扰。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取于五氧化二磷真空干燥 24h 的芍药苷对照品 5.25mg, 置 25mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得(每 1mL 含芍药苷 0.21mg)。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品装量差异项下的内容物, 研细, 取约 1.0g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加甲醇 50mL, 超声处理 30min, 放冷, 滤过, 滤液转移至 50mL 量瓶中, 以甲醇定容, 摇匀, 精密吸取此溶液 20mL, 蒸干, 残渣加水适量使溶解, 转移至 25mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 离心 5min (4000r/min), 倾取上清液, 用微孔滤膜(0.45μm)滤过, 作为供试品溶液。

**2.4 线性关系的考察** 精密吸取对照品溶液 0.3、0.6、0.9、1.2、1.5、1.8mL, 分别置 2mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为系列对照品溶液。分别吸取上述 6 份对照品溶液各 10μL, 按 2.1 项下色谱条件测定, 以进样量(μg)为横坐标, 峰面积积分为纵坐标, 绘制标准曲线, 回归方程:  $Y = -30991 + 1825204X$ ,  $r = 0.9999$ , 结果表明, 芍药苷在 0.32μg ~ 1.89μg 范围内线性关系良好。

**2.5 精密度试验** 精密吸取同一供试品溶液 10μL, 在上述同一色谱条件下, 连续进样 5 次, 测定 RSD = 0.61% ( $n = 5$ ), 证明精密度良好。

**2.6 稳定性试验** 精密吸取供试品溶液在 0.2、4、6、8h 分别进样, 进行测定, 结果其 RSD = 0.74%, 可见供试品溶液中芍药苷在 8h 内含量稳定。

**2.7 重复性试验** 分别称取本品同一批号样品 6 份, 按供试品溶液制备方法制备, 依法进样测定, 结果 RSD = 1.93% ( $n = 6$ ), 说明本方法重复性良好。

**2.8 回收率试验** 在已知含量的样品粉末中, 定量加入一定量的芍药苷对照品, 按供试品溶液制备方

法制备, 进样, 测定, 计算回收率, 结果见表 1。

本方法平均回收率 99.1%, 且 RSD < 2%, 说明本方法回收率良好。

表 1 芍药苷回收率测定结果

编号	样品称量(g)	样品原有量(mg)	加入对照品量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{x}$ (%)	RSD(%)
1	0.5285	2.13	2.56	4.62	97.45		
2	0.5219	2.10	2.59	4.71	100.99		
3	0.5078	2.04	2.61	4.63	98.94	99.1	1.57
4	0.5350	2.15	2.51	4.67	100.43		
5	0.5057	2.04	2.58	4.60	99.62		
6	0.5439	2.19	2.61	4.72	97.15		

**2.9 样品的含量测定** 分别称取不同批号的样品, 分别按供试品溶液制备方法制备, 另取经五氧化二磷减压干燥至恒重的芍药苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1mL 含 60μg 的溶液, 作为对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液及供试品溶液各 10μL, 注入液相色谱仪, 测定, 计算八珍胶囊中芍药苷含量, 依法测定 5 批样品, 结果如表 2。

表 2 八珍胶囊中芍药苷的测定结果

样品批次	芍药苷含量(mg/粒)
030809	1.21
030814	1.46
030819	1.32
030822	1.59
030911	1.65

## 3 讨论

在试验过程中, 曾采用甲醇-水(28: 72)、乙腈-水(26: 74)、甲醇-0.3% 冰醋酸(24: 76)等多种流动相, 色谱峰分离效果均不理想, 而未被采用。经实验摸索, 确定甲醇-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(28: 72)分离效果较好, 且保留时间较短, 而被采用。

### 参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 78.