

# 高效液相色谱法测定蒲杞宫泰颗粒中芍药苷的含量

刘兴昌, 杨松松, 王升辉

(辽宁中医学院研究生部, 辽宁 沈阳 110100)

**摘要:** 目的: 应用高效液相色谱法测定蒲杞宫泰颗粒中芍药苷的含量。方法: 采用 Zorbax-C<sub>18</sub>H<sub>37</sub> 柱 (5 $\mu$ m, 4.6mmid  $\times$  250mm), 乙腈-水-36% 醋酸 (75: 425: 0.4) 为流动相, 检测波长 230nm。结果: 线性范围为 0.02~ 0.1 $\mu$ g,  $r = 0.9998$ , 回收率为 98.84%,  $RSD = 1.84\%$ 。结论: 该方法用于测定蒲杞宫泰颗粒中芍药苷的含量简便、可靠、准确, 可用于该制剂的质量控制。

**关键词:** 高效液相色谱法; 芍药苷; 蒲杞宫泰颗粒

中图分类号: R284.4 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2002)03-0009-02

## Determinatin of Paeoniflorin in Puqi Gongtai Granules by HPLC

LIU Xing-chang, YANG Song-song, WANG Sheng-hui

(Liaoning Traditional Chinese Medicine College, Shenyang 110100, China)

**Abstract:** Objective: To determine the contents of Paeoniflorin in Puqi Gongtai granules by high performance liquid chromatography. Methods: The method used Zorbax-C<sub>18</sub> column (5 $\mu$ m, 4.6mmid  $\times$  250mm), acetonitrile: water: 36% acetate acid (75: 425: 0.4) as the mobile phase. The detection wavelength was set at 230nm. Results: The method of linear range was 0.02~ 0.1 $\mu$ g,  $r = 0.9998$ . The average recovery of the method was 98.84%,  $RSD = 1.84\%$ . Conclusion: The method to determine the contents of Paeoniflorin in Puqi Gongtai granules is simple, reliable, accurate and can be applied to the quality control of the preparation.

**Key words:** HPLC; Paeoniflorin; Puqi Gongtai granuls

蒲杞宫泰颗粒是名老中医临床经验方, 由菟丝子、白芍、地骨皮、蒲黄、枸杞子、阿胶、当归等十味药组成, 具有益肾养血、活血化瘀功能, 用于治疗产后子宫复旧不全引起的恶露不尽等症。其中阿胶粉碎成细粉, 菟丝子、白芍、当归、蒲黄等用 50% 乙醇提取, 枸杞子、地骨皮等用水提取, 经纯化、干燥、制粒等工艺制成中药复方制剂。选择白芍中芍药苷作为含量测定成分, 芍药苷含量测定方法有薄层扫描法<sup>[1]</sup>、分光光度法<sup>[2]</sup>、毛细管区带电泳法<sup>[3]</sup>和高效液相色谱法<sup>[4]</sup>。本文采用高效液相色谱法测定其中芍药苷的含量, 以达到更好地控制其产品质量的目的。

## 1 仪器与试药

HP100 高效液相色谱仪 (美国); 芍药苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 0736-9811, HPLC 面积归一化法测定含量为 99.2%), 蒲杞宫泰颗粒 (中国中医研究院中药研究所); 其它化学试剂均为国产, AR 级。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: Zorbax-C<sub>18</sub>H<sub>37</sub> 柱 (5 $\mu$ m, 4.6mmid  $\times$  250mm), 流动相为乙腈-水-36% 醋酸 (75: 425: 0.4), 流速 0.7ml/min; 紫外检测波长 230nm; 理论塔板数按芍药苷峰计算应不低于 3000; 柱温为室温。

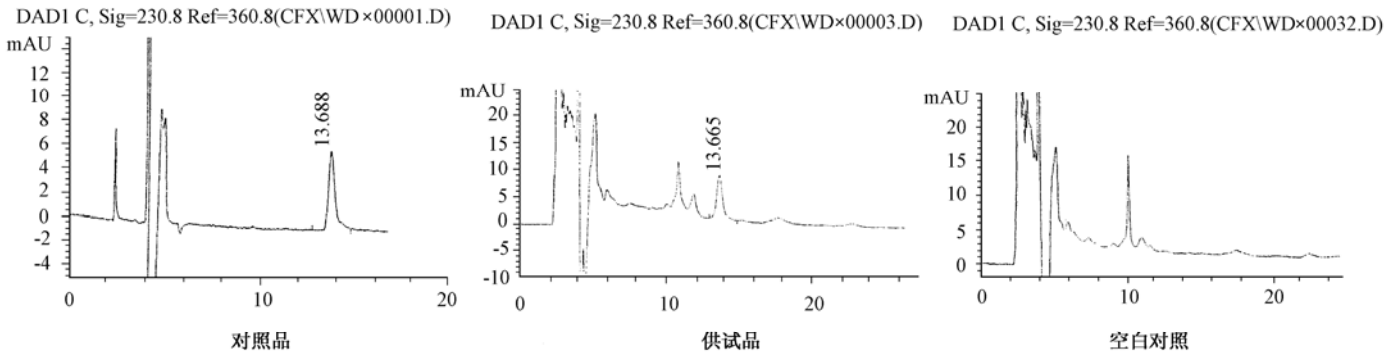
**2.2 供试品溶液及对照品溶液的制备** 取本品 5g, 研成细粉, 精密称取 0.10g, 置于具塞锥形瓶中, 精密加 50% 乙醇 20ml, 摇匀, 称定重量, 超声处理 30min (功率 100W, 40KHz), 放置至室温, 加 50% 乙醇补足 20ml, 称定重量, 摇匀, 滤过, 过滤膜, 即得供试品溶液。

同法制得缺白芍的蒲杞宫泰颗粒阴性对照液。

精密称定芍药苷对照品 0.5mg, 置于 5ml 量瓶中, 用 50% 乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取 1ml 置于 10ml 量瓶中, 用 50% 乙醇稀释至刻度, 摇匀, 得对照品溶液。

在上述色谱条件下分别精密吸取对照品溶液、阴性对照液、供试品溶液各 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪测定, 得到芍药苷对照品溶液、阴性对照液、供试品溶液的色谱图。

**2.3 线性关系的考察** 精密称定芍药苷对照品



蒲杞宫泰颗粒 HPLC 色谱图  
A: 对照品; B: 供试品; C: 阴性液

0.5mg, 置于 5ml 量瓶中, 用 50% 乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取 1ml 置于 10ml 量瓶中, 用 50% 乙醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。浓度为 0.01032mg/ml, 取 2、4、6、8、10 $\mu$ l 进样, 以进样量  $X$  ( $\mu$ g) 为横坐标, 峰面积  $Y$  为纵坐标, 绘制标准曲线, 回归方程为:  $Y = 1940070X + 1053$ ,  $r = 0.9998$  ( $n = 5$ ), 芍药苷在 0.02~ 0.1 $\mu$ g/ $\mu$ l 范围内具有良好的线性关系。

**2.4 精密度的测定** 精密吸取供试品溶液连续 5 次进样, 测定结果  $RSD = 1.13\%$  ( $n = 5$ )。

**2.5 稳定性试验** 精密吸取供试品溶液在 0、1、2、4、8、16、24hr 进样, 进行含量测定。结果芍药苷峰面积的  $RSD = 1.54\%$ ; 表明在 24hr 内供试品溶液的芍药苷含量稳定。

**2.6 重复性试验** 精密称定同一批号样品 5 份, 按供试品溶液的制备方法制备 5 份供试品溶液, 进样量均为 20 $\mu$ l, 依法测定,  $RSD = 2.15\%$ 。结果表明供试品溶液的芍药苷含量测定重现性良好。

**2.7 加样回收率试验** 取蒲杞宫泰颗粒 5g, 研成细粉, 精密称取 0.10g, 共计 5 份, 分别加入芍药苷对照品 0.1032mg, 按供试品溶液的制备方法制备、进样, 测定样品中的芍药苷含量, 计算。结果见表 1。

表 1 样品中的芍药苷含量测定结果

样品含量 (mg)	对照品加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.109	0.1032	0.211	98.84		
0.106	0.1032	0.208	98.84		
0.103	0.1032	0.207	100.78	98.84	1.84
0.108	0.1032	0.211	99.81		
0.121	0.1032	0.220	95.93		

**2.8 样品的含量测定** 分别精密量取芍药苷对照品溶液、阴性对照液、供试品溶液各 20 $\mu$ l, 注入高效液相色谱仪中, 用外标法计算样品中芍药苷的含量, 共测定了三批样品, 结果见表 2。

表 2 样品中芍药苷含量测定结果

编号	含量(mg/g)	RSD (%)
1	1.05	1.34
2	1.01	1.91
3	0.97	2.12

### 3 讨论

根据芍药苷的溶解性<sup>[5]</sup> 分别以水、50% 乙醇、95% 乙醇、甲醇为提取溶媒进行试验, 测得芍药苷含量高低依次为 50% 乙醇、甲醇、水、95% 乙醇, 甲醇为溶媒制得样品测定分离来达到最佳, 水为溶媒达不到基线分离, 50% 乙醇为最为理想, 含量较高, 且达到基线分离。

关于芍药苷的 HPLC 含量测定方法较多<sup>[6]</sup>, 流动相多采用甲醇-水、乙腈-水或乙腈-磷酸二氢钾等系统。经试验发现, 蒲杞宫泰颗粒采用乙腈-水、36% 磷酸系统色谱分离效果较为理想, 分离度及峰对称性较好, 且能达到基线分离。

### 参考文献:

- [1] 胡世林, 刘岱, 杨立新, 等. 不同产地白芍中药苷和丹皮酚的含量测定及比较[J]. 中国中药杂志, 1994, 19(6): 328.
- [2] 顾丽贞, 朱小燕, 南继红, 等. 薄层层析-紫外分光光度法测定芍药属中药及明目逍遥散制剂中芍药苷的含量[J]. 药物分析杂志, 1985, 5(1): 18.
- [3] Susumu Honda, et al. Analysis of the components of Paenonic radix by capillary zone electrophoresis [J]. Chromatogr, 1990, 515: 653.
- [4] 王强, 俞祥生, 张留纪, 等. 不同规格白芍中有关化学成分的 HPLC 分析[J]. 中药材, 1992, 15(7): 31.
- [5] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定[M], 北京: 人民卫生出版社, 1997. 130.
- [6] 狄留庆, 郭戎, 谢辉, 等. HPLC 法测定加味逍遥散中栀子苷和芍药苷[J]. 中国中药杂志, 1997, 22(11): 179.