

# 高效液相色谱法测定白芍总甙中芍药甙含量

安徽省医药工业公司(合肥 230061)  
安徽省药品检验所

钱亚南\*  
刘信明 张先芬

**摘要** 采用高效液相色谱法对白芍总甙中芍药甙进行了含量测定。方法简便、灵敏度高、重现性好。

**关键词** 白芍总甙 芍药甙 高效液相色谱法

白芍总甙是白芍中提取分离的萜烷单萜甙类化合物。具有镇静、镇痛、抗炎等功效,现代药理实验表明,具有双向免疫调节作用,可使异常的免疫功能恢复正常。今用高效液相色谱法测定本品中主要有效成分芍药甙(paeoniflorin)的含量,以控制质量。

## 1 仪器与试剂

日本日立635型高效液相色谱仪;日立834型色谱数据处理机;日立056型记录仪。

芍药甙对照品由中国药品生物制品检定所提供。

白芍总甙样品由安徽医科大学临床药理研究所提供。其它试剂和溶剂均为分析纯。

## 2 色谱条件及性能要求

色谱柱: HITACHI GEL 3050 (40×250mm自装柱;流动相: 甲醇-水(24:76);检测波长: 225nm,灵敏度0.16AUFS;流速: 1.5ml/min;纸速: 2.5mm/min。

塔板数按芍药甙峰计算 $n > 600$ ;芍药甙峰和相邻峰的分离度 $R > 1.5$ 。

## 3 实验方法

3.1 对照品溶液的制备: 取芍药对照品约10mg,精密称定,置10ml量瓶中,加50%甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,以0.45 $\mu$ m滤膜滤过,作为对照品溶液(1mg/ml)。

3.2 供试品溶液的制备: 取本品约20mg,精密称定,置10ml量瓶中,加50%甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,以0.45 $\mu$ m滤膜滤过,作为供试品溶液。

3.3 线性关系的考察: 分别吸取对照品溶液2、4、6、8、10 $\mu$ l,进样,测定。以对照品溶液浓度为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,在2.0~10.0 $\mu$ g范围内呈良好的线性关系, $r = 0.999921$ (图1)。

3.4 精密密度试验: 取供试品溶液5 $\mu$ l,分别进样6次,测定峰面积分值。RSD为0.99%。

3.5 加样回收率试验: 取供试品溶液5 $\mu$ l,分别加入对照品溶液3、4、5 $\mu$ l,进样,测定。结果平均回收率为101.08%,RSD为1.90%。

3.6 样品测定: 取供试品溶液5 $\mu$ l,进样,按上述色谱条件测定,用外标法计算样品中芍药甙含量,结果见表。

## 4 讨论

4.1 在高效液相色谱法测定芍药甙的含量中,常以乙腈-水<sup>[1]</sup>和甲醇-水<sup>[2]</sup>为流动相,今以分离度对甲醇-水(50:50→20:80)流动系统进行了选择,其中甲醇-水(24:76)为分离

表 样品测定结果

NO	芍药甙含量(%)		$\bar{x}$ (%)	RSD(%)	
1	43.16	42.64	42.31	42.70	1.00
2	42.03	41.35	40.88	41.42	1.40
3	39.69	40.11	39.77	39.86	0.56

\*Address, Qian Yanan, Anhui Provincial Company of Medical Industry, Hefei

最佳配比，芍药甙峰与相邻峰的分离度为1.65 ( $R > 1.5$ )，图2。

4.2 通过实验所得峰面积与峰高值的数据，经回归分析，峰面积的RSD为0.99%，故定量选用峰面积值计算。

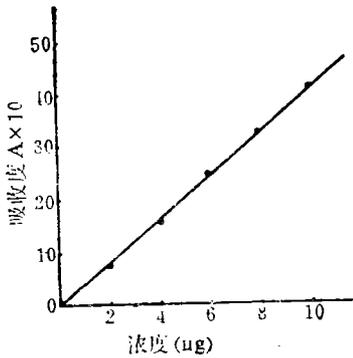


图1 标准曲线

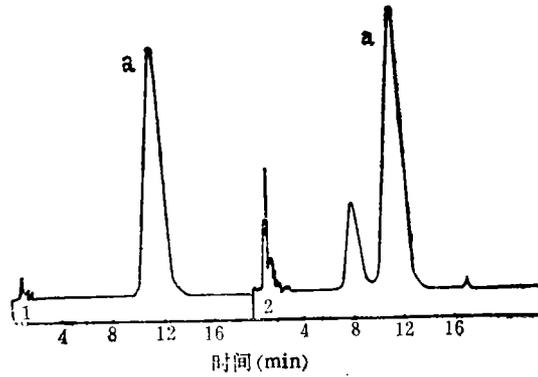


图2 白芍总甙HPLC谱

1-对照品 2-供试品 a-芍药甙峰

### 参 考 文 献

- 1 原田正敏，编集。常用生药的成分定量。日本，广川书店，平成元 (1994-12-06收稿)
- 2 王宝琴主编。中成药质量标准与标准物质研究。北京：中国医药科技出版社，1994

(上接第348页)

式中C为样品葡萄糖醛酸浓度 ( $\mu\text{g/ml}$ ) V为取样量 (ml) D为稀释倍数500 W为样品重量

## 2 讨论与小结

本法测定原理为酸性多糖在强酸作用下水解成糖醛酸，在硫酸存在下与吡唑反应生成含羰基的紫红色产物，在适当波长下测定其含量。本法简便易行，灵敏度高，最低检出浓度为 $0.05\mu\text{g/ml}$ 。

2.2 生成的紫红色产物遇水不稳定，因此在显色反应后的定量转移过程中应保持无水操作。

2.3 葡萄糖醛酸标准溶液应置冰箱保存，可在一周内使用，或者临时配制。

2.4 样品来源不同，其酸性糖含量也不同。红松塔多糖中酸性糖高于红松子壳多糖中的酸性糖含量。

表5 样品含量测定

样品号*	测得吸收度 (A)	含量 (%)	平均含量 (%)
1	0.120	16.3	16
	0.122	16.4	
	0.126	17.1	
	0.173	23.3	
2	0.175	23.7	23.9
	0.176	23.7	
	0.044	4.43	
3	0.043	4.30	4.36
	0.043	4.30	
	0.050	5.07	
4	0.049	5.00	5.13
	0.052	5.32	

\*样品1-红松塔多糖II 2-红松塔多糖I，  
3-红松子壳多糖II 4-红松子壳多糖I

### 参 考 文 献

- 1 李好枝，等。中草药，1994，25(4)：185
- 2 Sakagami H, et al. Jpn J Cancer Res 1986, 77: 59
- 3 Bitter T, et al. Anal Biochem, 1962 (4): 330
- 4 李向高，等。中药通报，1987，12(6)：40
- 5 张岩洪，等。中成药，1988(10)：34
- 6 翟永信，等。现代食品分析手册。北京，北京大学出版社，1988。

(1994-08-23收稿)

# ABSTRACTS OF ORIGINAL ARTICLES

## Studies on the Chemical Constituents of Indian Mockstrawberry

(*Duchesnea indica*)

Peng Jiangnan, Lu Yunru and Chen Dechang

Nine compounds were isolated from *Duchesnea indica* (Andr) Focke which was used as an anticancer herb in traditional Chinese medicine. They were identified as fumaric acid (I), fumaric acid monomethyl ester (II), daucosterol (III), brevifolin (IV), kaempferitrin (V), pomolic acid (VI), ursolic acid (VII), euscaphic acid (VIII) and  $\beta$ -sitosterol (IX). The former six compounds were obtained for the first time from the genus *Duchesnea* Smith and brevifolin was obtained for the first time from family *Rosaceae*.

(Original article on page 339)

## Studies on the Chemical Constituents of Guangxiqianhu

(*Peucedanum guangxiense*)

Huang Ping, Lu Chunqiong, Lai Maoxiang, et al

Five compounds isolated from the root of *Peucedanum guangxiense* Shan et Shen were identified as (+)-praeruptorin B, isoimperatorin, phellopterin, bergapten and  $\beta$ -sitosterol respectively on the basis of physical and chemical properties and spectral data.

(Original article on page 342)

## Studies on Effective Composition of Pinecone IV. Determination

of Acid Polysaccharides in Polysaccharides of

Cone of Korean Pine (*Pinus koraiensis*)

Li Haozhi, Guo Tiejun, et al

Acid polysaccharides in pinecone were determined quantitatively by sulfuric acid-carbazole colorimetry and the influence of amount of sulfuric acid carbazole, reaction temperature and time for color-reaction were investigated. The maximum absorption was found to be at 520nm. The absorbance was a linear function of concentrations between 0 and 7  $\mu\text{g/ml}$  acid polysaccharides ( $r=0.9999$ ,  $n=7$ ). Analytical recovery was 91.0%~99.8%. RDS was 1.3%~2.3% ( $n=6$ ). The minimum detectable concentration was 0.05 $\mu\text{g/ml}$ .

(Original article on page 347)

## Quantitative Determination of Paeoniflorin in Paeonialbiflosides by HPLC

Qian Yanan, Liu Xinshun, et al

Quantitative determination of paeoniflorin in paeonialbiflosides by HPLC was described. The average recovery was found to be 101.08%, and relative standard deviations (RSD) 1.90%. The calibration curve was linear in the range from 2.0 $\mu\text{g/ml}$  to 10.0 $\mu\text{g/ml}$  with  $r=0.9999$ . It was shown that the method is convenient, sensitive and with good reproducibility.

(Original article on page 349)