

2.5 精密度试验:精密吸取同一份供试品溶液 20  $\mu\text{L}$ ,重复进样 6 次,测定峰面积,计算,结果棘苔和阿魏酸峰面积 RSD 分别为 0.8% 和 0.6%。

2.6 重现性试验:精密称取样品 6 份,按供试品溶液制备项下方法平行制备,进样分析,测定棘苔和阿魏酸的质量浓度,计算得 RSD 分别为 2.4% 和 2.2%。

2.7 回收率试验:精密称取处方量药材的 1/20(含棘苔 0.360 0 mg),精密加入棘苔对照品 0.192 0、0.384 0、0.576 0 mg,按 2.4.1 项下方法处理,进样测定,计算得平均回收率为 98.4%,RSD 为 2.5% ( $n=6$ )。取处方量药材的 1/20(含阿魏酸 0.121 5 mg),精密加入阿魏酸对照品 0.068 0、0.136 0、0.204 0 mg,按 2.4.2 项下方法测定,结果平均回收率为 98.8%,RSD 为 2.8% ( $n=6$ )。

2.8 含量测定:精密吸取样品溶液 20  $\mu\text{L}$ ,按上述色谱条件测定,结果酸枣仁汤中棘苔和阿魏酸含量分别为 0.400、0.243 mg/g ( $n=6$ )。

### 3 讨论

3.1 本实验选择酸枣仁汤中君药酸枣仁和臣药川芎中的有效成分棘苔、阿魏酸为定量指标,建立了测定其含量的 RP-HPLC 方法,为制订酸枣仁汤的质量控制标准提供定量依据。

3.2 酸枣仁汤由 5 味中药组成,成分极其复杂,检测易受到干扰。本实验采用有机溶剂萃取的方法,取得了很好的分离效果,且重现性良好。

3.3 采用内标法定量阿魏酸,可避免由于进样误差等对测定的影响,使方法更准确、可靠。本实验在测定棘苔时曾尝试选用过多种内标物,但均不能满足分析要求,故最终采用外标法定量。

### References:

- [1] Yuan C L, Wang Z B, Jiao Y, *et al.* Study on the effect ingredients of sedation and hypnosis in Suanzaoren Decoction [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1987, 12(9): 34-36.
- [2] Li Y J. Study on the therapeutic basis of traditional Chinese medicinal preparation Suanzaoren Decoction [A]. *Dissertation of Doctor Degree of Shenyang Pharmaceutical University* (沈阳药科大学博士学位论文) [D]. Shenyang: Shenyang Pharmaceutical University, 2003.

## HPLC 法测定桃红四物汤中芍药苷和梓醇的含量

郭春燕,张万明,王治宝,付煜荣,张 力\*,王德宝,白雪梅\*

(张家口医学院,河北 张家口 075000)

桃红四物汤出自《医宗金鉴》,由桃仁、红花、当归、赤芍、生地、川芎组成,活血调经,主治血瘀所致的月经不调、痛经、闭经、崩漏以及眼底出血之暴盲者。是活血化瘀的代表方之一。为控制其内在质量,本实验对其主要有效成分芍药苷、梓醇进行了测定,结果表明本法准确、精密、重现性好。

### 1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(美国 HP1100),TG—332A 精密天平(十万分之一天平,上海),KQ—500B 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

芍药苷、梓醇对照品(中国药品生物制品检定所)。所用试剂均为分析纯。所用 6 味药材均符合《中华人民共和国药典》2000 年版标准。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件

2.1.1 芍药苷色谱条件<sup>[1]</sup>:色谱柱:YWG C<sub>18</sub>(250 mm  $\times$  4.6 mm);流动相:甲醇-磷酸二氢钾溶液(40:60);体积流量:1 mL/min;检测波长:230 nm;柱温:25  $^{\circ}\text{C}$ ;进样体积:10  $\mu\text{L}$ 。

2.1.2 梓醇色谱条件<sup>[2]</sup>:色谱柱:YWG C<sub>18</sub>(250 mm  $\times$  4.6 mm);流动相:水-乙腈(99.4:0.6);体积流量:1 mL/min;检测波长:210 nm;柱温:25  $^{\circ}\text{C}$ ;进样体积:10  $\mu\text{L}$ 。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取芍药苷对照品 10.00 mg (120  $^{\circ}\text{C}$  干燥至恒重)置 10 mL 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,即得芍药苷对照品溶液。

精密称取梓醇对照品 26.8 mg (120  $^{\circ}\text{C}$  干燥至

\* 收稿日期:2003-08-05

基金项目:河北省科技厅攻关项目指导计划(012761154);张家口医学院青年基金资助项目(Q 200103)

作者简介:郭春燕,女,硕士,副教授,1989 年毕业于河北大学,主要从事天然药物的研究和分析。

Tel: (0313) 8041654 E-mail: chy-guo@sohu.com

\* 通讯作者 Tel: (0313) 8041688

恒重) 置 5 mL 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得梓醇对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 精密称取 4.50 g 桃红四物汤药材粉末, 加 75% 乙醇 50 mL, 称定质量, 冷浸 4 h, 超声 30 min, 放冷, 再称定质量, 用 75% 乙醇补足质量, 摇匀, 滤过, 即得。

2.4 线性关系考察: 精密吸取芍药苷对照品溶液 0.10、0.20、0.50、1.00、2.00 mL 置 10 mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀。分别进样 10  $\mu$ L 进行测定, 以峰面积(A)对质量浓度(C)作回归计算。得回归方程为  $A = 3.43 \times 10^4 C - 31.8$ ,  $r = 0.999\ 78$ , 线性范围: 0.010 ~ 0.200  $\mu$ g/ $\mu$ L。精密吸取梓醇对照品溶液 10、20、50、100、200、500  $\mu$ L 置 2 mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀。分别注入 10  $\mu$ L 进行测定, 以峰面积(A)对质量浓度(C)作回归计算, 得回归方程  $A = 6.389\ 8 \times 10^3 C - 13.497\ 5$ ,  $r = 0.999\ 68$ , 线性范围: 0.053 6 ~ 5.360 0  $\mu$ g/ $\mu$ L。

2.5 精密度试验: 精密吸取芍药苷对照品溶液, 重复进样 5 次, 计算得芍药苷峰面积的 RSD 为 0.93% ( $n = 5$ )。精密吸取梓醇对照品溶液, 重复进样 5 次, 计算得梓醇峰面积的 RSD 为 0.49% ( $n = 5$ )。

2.6 重复性考察: 取同一批药材样品, 按供试品溶液的制备方法平行制备 5 份, 依法测定, 结果芍药苷、梓醇质量浓度的 RSD 分别为 0.86%, 1.15%。

2.7 稳定性考察: 取同一供试品溶液, 分别在 1、2、3、4、5、6、8、24 h 测定峰面积, 结果芍药苷在 24 h 内稳定, 梓醇在 8 h 内稳定, RSD 分别为 0.97% ( $n = 7$ )、1.18% ( $n = 8$ )。

2.8 回收率试验: 采用加样回收法。精密称取已知含量的桃红四物汤药材粉末, 分别定量加入芍药苷对照品 0.5 mg, 按照供试品溶液的制备方法操作, 上述色谱条件下进行测定, 结果芍药苷平均回收率为 98.4%, RSD 为 0.65% ( $n = 5$ )。同法精密称取已知含量的桃红四物汤药材粉末, 分别定量加入梓醇对照品 0.5 mg, 按照供试品溶液的制备方法操作, 上述色谱条件下进行测定, 结果梓醇平均回收率为 98.2%, RSD 为 0.49% ( $n = 5$ )。

2.9 样品测定: 精密吸取上述供试品溶液, 稀释至合适浓度, 进样 10  $\mu$ L, 上述色谱条件进行测定, 代入回归方程计算, 结果见表 1, 色谱图见图 1、2。

3 讨论

本方为四物汤加桃仁、红花所组成。四物汤具有补血活血作用, 但将方中补血养阴的白芍换为活血祛瘀的赤芍, 将补血滋阴的熟地改为凉血消瘀的生

地, 则使原方的活血作用转变为侧重于活血凉血为主<sup>[3]</sup>。芍药苷、梓醇分别为赤芍和生地中的有效成分之一, 也是该方的有效成分, 因此选择生地中的梓醇、赤芍中的芍药苷为质量控制标准。

表 1 桃红四物汤中芍药苷和梓醇含量 ( $n = 4$ )  
Table 1 Content of paeoniflorin and catalpol in Taohong Siwu Decoction ( $n = 4$ )

| 样品 | 质量分数/(mg · g <sup>-1</sup> ) |      |
|----|------------------------------|------|
|    | 梓醇                           | 芍药苷  |
| 1  | 17.1                         | 75.3 |
| 2  | 17.4                         | 74.8 |
| 3  | 17.8                         | 75.2 |
| 4  | 16.2                         | 75.5 |
| 5  | 17.3                         | 74.0 |

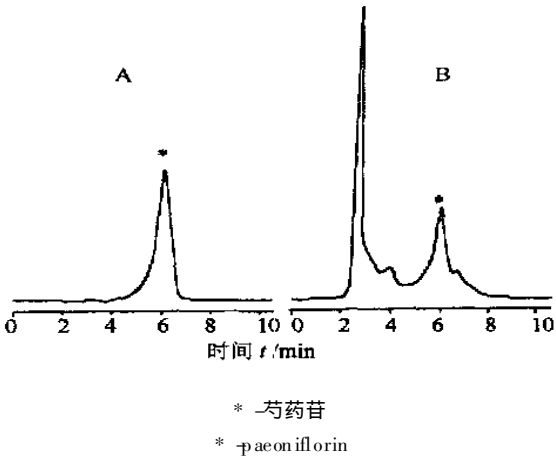


图 1 芍药苷对照品(A)和桃红四物汤(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC of paeoniflorin reference substance (A) and Taohong Siwu Decoction (B)

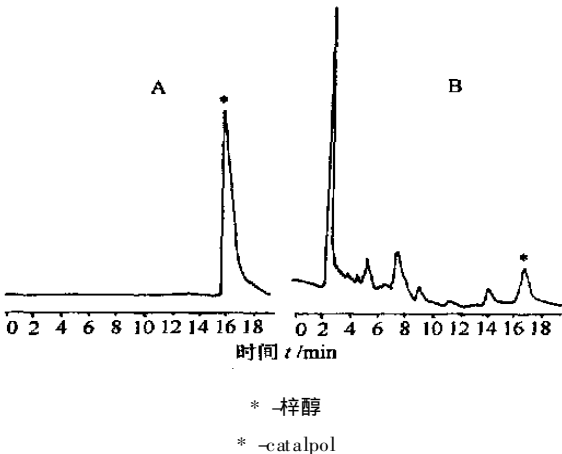


图 2 梓醇对照品(A)和桃红四物汤(B)的 HPLC 图谱

Fig. 2 HPLC of catalpol reference substance (A) and Taohong Siwu Decoction (B)

致谢: 得到了张家口医学院实验中心的大力支持!

References:

[1] Ch P (中国药典) [S]. Vol . 2000.

[2] Xia L Z. Determination of catalpol in *Radix Rehmanniae* enriched grain by HPLC [J]. *J Anhui Traditional Chinese Medicine Coll* (安徽中医学院学报), 1999, 18(4): 51-52.

[3] Zhou F W. *Practical Formulae of Traditional Chinese Medicine* (实用方剂学) [M]. Jinan: Shandong Science and Technology Publishing House, 1989.

注射用七叶皂苷钠产品的质量比较研究

沈 芊, 曾 艳, 王淑洁, 王育琴\*  
(首都医科大学宣武医院 药剂科, 北京 100053)

注射用七叶皂苷钠为七叶树科植物天师栗 *Aesculus wilsonii* Rehd 的干燥成熟种子中提取得到的皂苷钠盐, 具有消肿、抗炎和改善血液循环的作用。用于脑水肿、创伤或手术后引起的肿胀, 也用于静脉回流障碍性疾病<sup>[1]</sup>。本实验对北京市场销售的 3 个厂家 11 个批号的注射用七叶皂苷钠进行了质量对比研究, 考察了 pH 值、七叶皂苷钠 A 和七叶皂苷钠 B 的含量。

1 仪器与试剂

Shimadzu 高效液相色谱仪: LC—10AT 泵, SPD—10A 紫外检测器, CTO—10A 柱温箱, CLASS—10LC 工作站。HANGPINGFA 2004 电子天平(上海天平仪器厂), pH S—3C 型精密 pH 计(上海雷磁仪器厂)。

七叶皂苷钠对照品(中国药品生物制品检定所, 其中含七叶皂苷钠 A 为 43.5%、七叶皂苷钠 B 为 32.0%, 均以干燥品计, 干燥失重为 11.8%, 批号: 10346-0001), 甲醇、乙腈(色谱纯), 磷酸(分析纯)。样品(厂家 , 批号: 9907273、9908233、20000609、20000716; 厂家 , 批号: 20000410、20000411、20000803、200001121; 厂家 , 批号: 000206、000213、000412)。

2 方法与结果

2.1 pH 值检查: 取样品加水制成 1 mg/mL 的溶液, 依法测定 pH 值, 结果见表 1。

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件: 色谱柱: Supelxosil<sup>TM</sup> LC-C<sub>18</sub>(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.059 mol/L 磷酸溶液(40 60); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 220 nm; 柱温: 40 。对照品溶液及样品在该条件下的色谱行为见图 1。七叶皂苷钠对照品的色谱图中有 4 个主成分峰, 以出峰前后, 分别为七叶皂苷

钠 A、B、C 和 D<sup>[1]</sup>。理论塔板数按七叶皂苷钠 A 计为 8 000, 七叶皂苷钠 A 和七叶皂苷钠 B 的分离度为 2.1。

表 1 注射用七叶皂苷钠 pH 值测定结果 (n= 3)

| Table 1 Result of pH determination for injective aescinate (n= 3) |          |      |
|-------------------------------------------------------------------|----------|------|
| 厂家                                                                | 批 号      | pH 值 |
|                                                                   | 9907273  | 5.26 |
|                                                                   | 9908233  | 5.54 |
|                                                                   | 20000609 | 5.63 |
|                                                                   | 20000716 | 5.40 |
|                                                                   | 20000410 | 6.42 |
|                                                                   | 20000411 | 6.18 |
|                                                                   | 20000803 | 6.59 |
|                                                                   | 20001121 | 6.04 |
|                                                                   | 000206   | 6.01 |
|                                                                   | 000213   | 5.52 |
|                                                                   | 000412   | 5.72 |

2.2.2 标准曲线制备: 精密称取七叶皂苷钠对照品适量, 用甲醇溶解并稀释成含七叶皂苷钠 A 1.415 7 mg/mL, 七叶皂苷钠 B 1.041 5 mg/mL 的对照品溶液, 然后分别吸取适量置于 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 得对照品溶液系列(七叶皂苷钠 A 的系列质量浓度为 1 415.7、962.7、673.9、471.7、235.9、94.3、47.2 μg/mL, 七叶皂苷钠 B 的系列质量浓度为 1 041.5、708.2、495.7、347.0、173.5、69.4、34.7 μg/mL)。分别精密量取 20 μL 进样, 记录色谱峰峰面积, 以质量浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标进行线性回归, 得标准曲线方程。七叶皂苷钠 A:  $A = 177\ 169.76 + 10\ 140.86 C$ ,  $r = 0.999\ 7$ , 线性范围为 0.95 ~ 28.31 μg。七叶皂苷钠 B:  $A = 106\ 667.02 + 8\ 316.06 C$ ,  $r = 0.999\ 7$ , 线性范围为 0.694 ~ 20.83 μg。

2.2.3 精密度试验: 取同一对照品溶液, 重复进样 5 次, 测定七叶皂苷钠 A 和七叶皂苷钠 B 的峰面

\* 收稿日期: 2003-11-06