RSD 为 1.79% (n=5)。表明供试品溶液在 8 h 内是稳定的。

2.7 重现性试验：取同一批号样品，平行制备 5 份供试品溶液，进样，测定，计算，结果五味子醇甲的平均质量分数为 38.3 μg/g，RSD 为 1.32%。

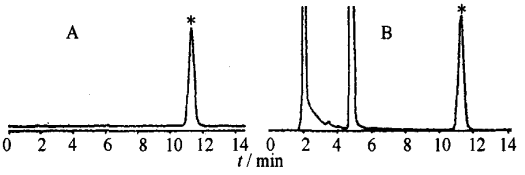
2.8 回收率试验：采取加样回收法。精密称取 6 份质量分数为 22.5 mg/g 的样品约 0.25 g，分别精密加入五味子醇甲对照品约 0.5 mg，按供试品溶液的制备方法操作、测定，结果平均回收率为 98.6%，RSD 为 1.5%。

2.9 样品测定：取 3 个批号的样品，制备供试品溶液。分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液，注入液相色谱仪，采用外标法测定五味子醇甲的质量分数，结果见表 1，色谱图见图 1。

表 1 五酯胶囊中五味子醇甲的测定结果 (n=3)

Table 1 Schisandrin in Wuzhi Capsules (n=3)

批号	五味子醇甲/(μg·g^{-1})
1	37.8
2	39.2
3	38.5



*-五味子醇甲

*-schisandrin

图 1 五味子醇甲对照品(A)和五酯胶囊(B)HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatograms of schisandrin reference substance (A) and Wuzhi Capsules (B)

3 讨论

3.1 流动相的选择：试验中曾以甲醇-水(28∶72)、乙腈-水(26∶74)、甲醇-0.3%冰醋酸(24∶76)进行试验，结果五味子醇甲的分离较差。经试验摸索，以甲醇-水(55∶45)为流动相，五味子醇甲与未知组分色谱峰达到较好分离，而被采用。

3.2 提取方法的选择：分别对甲醇、正己烷、氯仿提取效果进行比较，并对色谱分离情况进行了分析。结果选用甲醇为溶剂，超声处理样品，方法简便，提取效果好，溶剂毒性小。

HPLC 法测定产后康膏中芍药苷

李津海，陈双璐

(天津市儿童医院，天津 300074)

产后康膏主要由黄芪、甘草、白芍、益母草、当归等组成，具有调气补血，祛瘀生新，促进子宫修复补虚之血，健胃消食，促进食欲，协助消化吸收并有益肾滋阴之功效。用于妇女产后、流产后失血过多所致的贫血，气虚所引起的恶露不尽、头晕目眩、心悸多汗、失眠神疲、食欲不振。对于一般妇女属于气血两虚的疾病或崩漏不止亦有满意的效果。因其质量控制标准中，尚未进行定量研究，因此本实验建立芍药苷的 HPLC 定量测定方法，以控制产后康膏的内在质量。

1 仪器与材料

Waters 2695 高效液相色谱仪，Waters 2487 紫外检测器，Shimadzu UV—2100 紫外分光光度仪。产后康膏(天津达仁堂制药厂)，芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所，批号 0736-200118)；色谱纯甲醇、乙腈，其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件：Spherisorb ODS-2 色谱柱(250 mm×4.6 mm，5 μm)；检测波长：230 nm；流动相：乙腈-水(14∶86)；体积流量：1.0 mL/min；进样量：10 μL；柱温：25 ℃。

2.2 对照品溶液的制备：精密称定芍药苷对照品 0.5 mg，置 50 mL 量瓶中，加甲醇溶解并稀释制成含芍药苷 10 μg/mL 的对照品溶液。

2.3 提取方法的选择：依据芍药苷的性质，本实验以甲醇、50%乙醇、95%乙醇、水为提取溶媒，对加热回流提取法和超声提取法采用相同提取时间进行了对比，结果表明甲醇超声提取法的提取率最高，且操作简便，故选择了甲醇超声提取法。

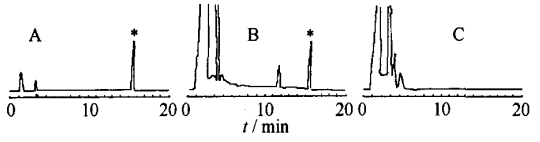
2.4 供试品溶液的制备：取本品约 1.5 g，精密称

收稿日期：2004-12-24

定，置 100 mL 量瓶中，加甲醇 80 mL，超声 15 min，冷却，加甲醇至刻度，滤过，取续滤液，过微孔滤膜（0.45 μm），即得。

2.5 阴性对照溶液的制备：按处方量称取除白芍外样品 1.5 g，同法制得阴性对照溶液。

2.6 系统适应性试验：分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 10 μL，注入液相色谱仪，分析测定。结果表明，供试品溶液色谱图中，均有与芍药苷保留时间相同的吸收峰，且芍药苷峰与相邻杂质峰完全分离。阴性对照溶液的色谱图则无此吸收峰。见图 1。



* -芍药苷

* -paeoniflorin

图 1 芍药苷对照品（A）、产后康膏（B）和缺白芍的阴性对照（C）的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatograms of paeoniflorin reference substance (A), Chanhoukang Extract (B), and negtive sample without *Radix Paeoniae Alba* (C)

2.7 线性关系考察：精密称取芍药苷对照品适量，加甲醇制成含芍药苷 10 μg/mL 的对照品溶液。在上述色谱条件下，精密吸取该溶液 4、8、16、24、32 μL，依次进样分析。以峰面积积分值为纵坐标，进样量为横坐标，绘制标准曲线，统计学计算得回归方程为 $Y=1\ 595\ 712.043\ X-3\ 432.832$，$r=0.999\ 9$，说明芍药苷在 0.04～0.32 μg 与峰面积呈良好线性关系。

2.8 精密度试验：取 0.010 mg/mL 芍药苷对照品溶液重复进样 5 次，每次 10 μL，测定吸收峰面积，计算得其 RSD 为 0.38%。

2.9 稳定性试验：将制备好的供试品溶液，每隔 1 h 进样 1 次，重复 4 次，结果表明，供试品溶液中芍药苷的峰面积在 4 h 内基本无变化，RSD 为 0.58%。

2.10 重现性试验：取同一批样品，精密称取 5 份，制备供试品溶液，进样，分析，结果芍药苷质量分数的 RSD 为 1.14%。

2.11 加样回收试验：取含芍药苷 0.49 mg/g 的产后康膏，精密称取 6 份，每份 1.5 g，分别精密加入 0.10 mg/mL 芍药苷对照品溶液各 3.5 mL，制备供试品溶液进样，测定，计算回收率。结果芍药苷平均回收率为 97.92%，RSD 为 0.90%。

2.12 样品测定：制备对照品溶液与供试品溶液，分别精密吸取 10 μL，注入液相色谱仪分析测定，结果见表 1。

表 1 产后康膏中芍药苷的测定结果（$n=3$）

Table 1 Paeoniflorin in Chanhoukang Extract ($n=3$)

批 号	芍药苷/(mg·g^{-1})	RSD/%
20031011	0.46	1.00
20031015	0.43	1.15
20031018	0.47	0.58

3 讨论

采用 UV—2100 紫外分光光度计测定芍药苷的紫外吸收光谱图，确定出 230 nm 处有最大吸收，故选择 230 nm 为检测波长。

关于中药复方及中成药中芍药苷的测定方法有薄层扫描法、HPLC 法等。本实验采用 HPLC 测定，灵敏度高，分离度好，能起到控制本品内在质量的目的。

4 种中药注射液临床应用稳定性分析

丁志敏，何志敏，臧亚如，张素华，辛春兰，郭秀梅

（承德医学院附属医院，河北 承德 067000）

葛根素、丹参、刺五加、参麦注射液作为治疗心脑血管系统疾病的药物，在临床应用已多年，临床疗效尚可。临床应用时一向与 5%葡萄糖注射液配伍；糖尿病病人应用时与生理盐水配伍。为此对葛根素等 4 种中药注射液与大输液配伍后的微粒、pH 值、最大吸收波长、吸光度（A）值等进行分析，旨在为临

收稿日期：2005-01-31

基金项目：河北省科技攻关计划；承德市 2003 年科学技术研究与发展计划项目（20031015）

作者简介：丁志敏（1956—），女，广州市人，副主任医师，1979 年毕业于承德医学院临床医学系，主要从事天然药物在临床合理应用工作。Tel：（0314）2279322