

高效液相色谱法测定小儿清肺止咳泡腾片中黄芩苷含量*

常忆凌¹, 刘 本²

(1. 浙江医药高等专科学校, 浙江 宁波 315100; 2. 浙江大学宁波理工学院, 浙江 宁波 315100)

摘要:目的 用高效液相色谱法(HPLC法)测定小儿清肺止咳泡腾片中黄芩苷含量。方法 采用 Diamonsil C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水-甲酸(50:50:0.2), 检测波长为 280 nm, 流速为 1.2 mL/min。结果 黄芩苷进样量在 0.344~3.44 μg 的范围内与峰面积线性关系良好。结论 HPLC 法快速、准确, 专属性好, 灵敏度高。

关键词: 高效液相色谱法; 黄芩苷; 小儿清肺止咳泡腾片

中图分类号 R284.1; R286.0

文献标识码 A

文章编号 1006-4931(2006)20-0021-02

Determination of Baicalin in Xiaoer Qingfei Zhike Effervescent Tablet by HPLC

Chang Yiling¹, Liu Ben²

(1. Zhejiang Pharmaceutical College, Ningbo, Zhejiang, China 315100; 2. Ningbo Institute of Technology, Zhejiang University, Ningbo, Zhejiang, China 315100)

Abstract: Objective To set up a method of determination of baicalin in Xiaoer Qingfei Zhike effervescent tablet by HPLC. Methods Chromatographic column Diamonsil C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) was used, mobile phase was methanol-water-formic acid (50:50:0.2), determination wavelength was 280 nm, and flow rate was 1.2 mL/min. Results The linear range of baicalin was 0.344~3.44 μg. Conclusion This method is simple, accurate, highly sensitive and reproducible. It can be used for determination of Xiaoer Qingfei Zhike effervescent tablet.

Key words: HPLC; baicalin; Xiaoer Qingfei Zhike effervescent tablet

小儿清肺止咳泡腾片是复方中药制剂, 临床主要用于治疗小儿上呼吸道感染所致的咳嗽、多痰等症。黄芩是其主药之一, 具有清热燥湿、泻火解毒之功效^[1], 主要成分黄芩苷具有抑菌、抗炎、抗病毒、抗过敏、解毒等作用^[2]。笔者用高效液相色谱法(HPLC法)测定小儿清肺止咳泡腾片中黄芩苷的含量^[3], 现报道如下。

1 仪器与试剂

LC-10AS 高效液相色谱仪(日本岛津)。甲醇(色谱纯) 水(重蒸馏水); 乙酸(分析纯); 黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号为 110715-200212); 小儿清肺止咳泡腾片(自制)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-甲酸(50:50:0.2); 检测波长: 280 nm; 室温: 25℃; 流速: 1.2 mL/min; 进样量: 20 μL。

2.2 溶液制备

精密称取于 60℃ 减压干燥的黄芩苷对照品 8.60 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 作为贮备液。精密取该溶液 1, 3, 6, 8, 10 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。取本品 6 片, 精密称定, 研细, 取粉末约 0.2 g, 精密称定, 置磨口三角瓶, 加 70% 乙醇适量, 超声提取 3 次, 每次 15 min, 过滤, 滤液定容 100 mL 量瓶中, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.3 方法学考察

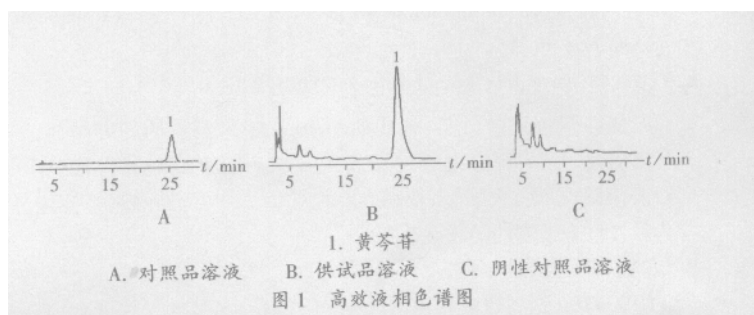
线性关系考察: 精密注入 2.2 项下的对照品溶液各 20 μL, 进样测定, 以峰面积值(X)对对照品进样量(Y)作回归计算。得回归方程为 $Y = 48\,817\,563.9X - 238\,174.9$, $r = 0.999\,8$ 。结果表明黄芩苷进样量在 0.344~3.44 μg 范围内与峰面积线性关系良好。

精密度考察: 精密进样同一供试品溶液, 重复 5 次。结果黄芩苷峰面积平均值为 5 084 935, RSD 为 0.21%。

系统适用性试验: 分别吸取黄芩苷对照品溶液、供试品溶液、缺黄芩苷的阴性对照品溶液各 20 μL, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 记录色谱图, 结果见图 1。

稳定性试验: 将同一供试品(批号为 050001)溶液室温保存, 分

* 浙江省教育厅课题, 课题编号 20020702。



别在 2, 4, 6, 8, 12, 48 h 内测定。结果的 RSD 为 1.19%, 表明供试品溶液在 48 h 内稳定。

重现性试验: 取同一批供试品(批号为 050001)各 5 份(约 0.2 g), 精密称定, 按供试品溶液的制备方法制备供试液, 分别进样, 测定, 计算黄芩苷含量。结果平均含量为 54.97 mg/g, RSD 为 1.42%。

加样回收试验: 精密称取已知含量为 5.5% 的供试品粉末 0.2 g, 分别加入浓度为 0.88 mg/mL 的黄芩苷对照品溶液 2, 2, 4, 4, 6, 6 mL, 按供试品溶液制备方法制备供试液, 用 HPLC 法测定, 进样量 20 μL, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 黄芩苷加样回收试验结果

样品含量(μg)	加入量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	$\bar{x}$ (%)	RSD(%)
2.20	0.352	2.539	96.31	97.97	2.18
2.20	0.352	2.536	95.45		
2.20	0.704	2.882	96.88		
2.20	0.704	2.897	99.01		
2.20	1.056	3.245	98.96		
2.20	1.056	3.269	101.23		

2.4 样品含量测定

按供试品溶液的制备方法制备供试液, 分别进样, 测定峰面积, 计算 5 批样品中黄芩苷的含量。结果批号为 050111, 050201, 050001, 050013, 050006 的 5 批样品中黄芩苷含量分别为 56.26, 53.70, 54.46, 52.70, 55.16 mg/g。

3 讨论

3.1 通过比较和考察, 确定了测定黄芩苷的色谱条件, 该色谱条

反相高效液相色谱法测定安忧静颗粒中芍药苷含量

张朝燕,刘克海,刘承初,刘梅芳

(上海水产大学海洋生物制药研究室,上海 200090)

摘要:目的 建立安忧静颗粒中芍药苷的含量测定方法。方法 采用反相高效液相色谱法,色谱柱为 Hypersil-ODS C_{18} 分析柱(125 mm × 4 mm, 5 μ m),流动相为乙腈-0.1%磷酸(15:85),检测波长为 230 nm,流速为 1 mL/min。结果 方法的精密度和稳定性良好,芍药苷进样量在 0.210~3.150 μ g 范围内与峰面积线性关系良好, $r=0.9999$,平均回收率为 98.08%, RSD 为 1.32%。结论 反相高效液相色谱法简便、专属性强、重现性好,可有效控制安忧静颗粒的质量。

关键词: 安忧静颗粒 芍药苷 反相高效液相色谱法

中图分类号 R284.1 R286.0

文献标识码 A

文章编号 1006-4931(2006)20-0022-02

Determination of Paeoniflorin in Anyoujing Granules by RP-HPLC

Zhang Chaoyan, Liu Kehai, Liu Chengchu, Liu Meifang

(Department of Biopharmacy in Marine, Shanghai Fisheries University, Shanghai, China 200090)

Abstract Objective To develop a method for determination of paeoniflorin in Anyoujing granules which consists of Radix paeonike alba, Radix acanthopanax senticost and eight other herbs. **Methods** RP-HPLC with Hypersil-ODS C_{18} (125 mm × 4 mm, 5 μ m) column was used. The mobile phase of paeoniflorin was a mixture of acetonitrile-0.1 mol/L phosphoric acid (15:85), with the flow rate of 1.0 mL/min and detection wavelength at 230 nm. **Results** The linear range was from 0.210~3.150 μ g ($r=0.9999$) for paeoniflorin. The average recovery rate of paeoniflorin was 98.08% ($RSD=1.32\%$). **Conclusion** The method is convenient, selective and reproducible for determination of paeoniflorin in Anyoujing granules.

Key words: Anyoujing granules; paeoniflorin; RP-HPLC

安忧静颗粒是由白芍、刺五加等 10 味中药制成的复方制剂,具有滋阴血、平肝阳、宁心神之功效,临床上用于焦虑性神经症,症见恐惧惊慌、心悸、失眠、多梦、晕眩。白芍为方中君药,故通过测定芍药苷含量来控制药品质量。

1 仪器与试剂

HP-1100 型高效液相色谱仪(美国惠普) 惠普四元梯度泵 惠普自动进样器 惠普柱温箱 惠普二极管阵列检测器 电子分析天平(十万分之一,德国 Satorius 公司) SB 3200 超声波清洗器(50 kHz)。甲醇、乙腈为色谱纯,其他试剂为分析纯。芍药苷对照品(批号为 0736-9710,中国药品生物制品检定所)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱: Hypersil-ODS C_{18} 柱(125 mm × 4 mm, 5 μ m) 保护柱: Hypersil-ODS 柱(20 mm × 2.1 mm, 30 μ m) 流动相: 乙腈-0.1%磷酸(15:85) 流速: 1 mL/min 检测波长: 230 nm 柱温: 25℃ 检测器: PDA 进样量: 5 μ L。在此条件下,色谱图见图 1。

2.2 溶液配制

精密称取芍药苷对照品适量,加稀乙醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液,即得对照品溶液。取本品 0.4 g,研细,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加稀乙醇 20 mL,超声处理 1 h,取出,放冷,加稀乙醇至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,弃去粗滤液,取续滤液,即得供试品溶液。

2.3 方法学考察

件可使小儿清肺止咳泡腾片中的黄芩苷达到基线分离,效果良好。

3.2 流动相中的磷酸易造成柱压增高,换成甲酸可改变这种状况。

3.3 HPLC 法简便,专属性及重现性好,结果准确可靠,可用于该制剂的质量分析。

作者简介: 常忆凌(1957-),女,山东沂水人,从事药剂学教学和研究,(电话)0574-88102372(电子信箱)changyl@mail.zphc.com

参考文献:

阴性对照试验 按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液并进样分析。结果表明,其他成分对芍药苷含量测定无干扰。

线性关系考察 精密吸取对照品溶液(浓度为 0.105 mg/mL) 2,4,6,10,15,30 μ L,进样测定,以峰面积(A)与进样量(C)进行线性回归。回归方程为 $A=1960.1C+15.2$, $r=0.9999$ 。结果表明,芍药苷进样量在 0.210~3.150 μ g 范围内与峰面积线性关系良好。

精密度试验 精密吸取对照品溶液(浓度为 0.105 mg/mL),注入液相色谱仪,重复进样 5 次,记录色谱图,测定峰面积。结果 5 次峰面积的 RSD 为 0.76%。

重现性试验 取同一批号(011201)样品 5 份,分别精密称定,照供试品溶液的制备方法制备 5 份供试液,分别注入液相色谱仪,测定芍药苷含量。结果 5 次测得的平均含量为 4.432 μ g/g, RSD 为 1.18%。

稳定性考察 取样品 1 份(批号为 011201),照供试品溶液的制备方法制备供试液,于 8 h 内进样 5 次,每 2 h 进样 1 次,记录峰面

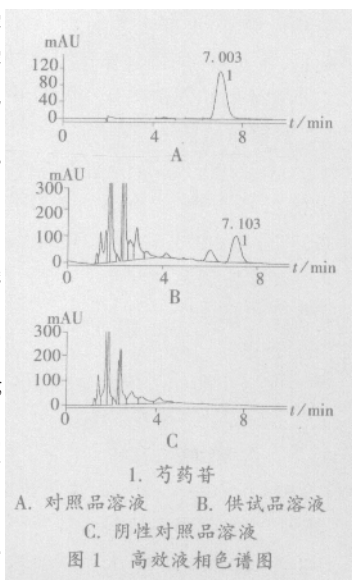


图 1 高效液相色谱图

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:化学工业出版社,2005:211-212.

[2] 张建春,张华,施瑛,等. 黄芩苷研究近况[J]. 时珍国医国药,2005,16(3):247-249.

[3] 张良,庄晓洪,万军. HPLC 测定苍耳子鼻炎胶囊中黄芩苷的含量[J]. 中成药,2005,27(3):366.

(收稿日期 2006-04-05 修回日期 2006-06-13)