

• 化学与分析 •

HPLC 同时测定呼吸通口服液中 黄芩苷和牛蒡子苷的含量

张永, 廖清船, 仇锦春, 王珊珊, 徐康康*
(南京医科大学附属南京儿童医院, 南京 210008)

[摘要] 目的:建立同时测定呼吸通口服液中有效成分黄芩苷和牛蒡子苷含量的方法。方法:采用高效液相色谱法,色谱柱 platisil ODS(4.6 mm×250 mm 5 μm),流动相乙腈-0.02% 磷酸溶液(33:66),检测波长 208 nm,柱温室温。结果:黄芩苷在 10~100 mg·L⁻¹,牛蒡子苷在 5~50 mg·L⁻¹有良好的线性关系;黄芩苷的平均回收率 99.8%,RSD 0.19%;牛蒡子苷的平均回收率 100.1%,RSD 0.18%。结论:本方法简便可行,重复性好,可用于呼吸通口服液中黄芩苷和牛蒡子苷的含量测定和质量控制。

[关键词] 呼吸通口服液;黄芩苷;牛蒡子苷;高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2010)12-0025-03

Simultaneous Determination of Baicalin and Arctiin in Huxitong Oral Solution by HPLC

ZHANG Yong, LIAO Qing-chuan, QIU Jin-chun, WANG Shan-shan, XU Kang-kang*
(Nanjing Children's Hospital, Nanjing Medical University, Nanjing 210008, China)

[Abstract] **Objective:** To develop an HPLC method for the determination of baicalin and arctiin in Huxitong Oral Solution. **Method:** Analysis was carried out at room temperature on a platisil ODS column (4.6 mm×250 mm, 5 μm) with acetonitrile-0.02% phosphoric acid as the mobile phase, detecting at 208 nm. **Result:** The average recovery of baicalin was 99.0%, RSD 0.94% and the linear range was 10-100 mg·L⁻¹, $r = 0.9995$; The average recovery of arctiin was 100.5%, RSD 1.29% and the linear range was 5-50 mg·L⁻¹, $r = 0.9997$. **Conclusion:** The method is simple and reproducible. It can be used for the quality control of Huxitong Oral Solution.

[Key words] Huxitong Oral Solution; baicalin; arctiin; HPLC

呼吸通口服液(Huxitong Oral Solution)系根据儿童特点研制的经江苏省药监局批准使用的儿童医院内自制中药复方制剂,使用率较高,由黄芩、百部、

天花粉、桔梗、牛蒡子、芫花 6 味药材组成,具有清热解毒、止咳化痰的作用。临床用于上呼吸道感染、支气管炎、低热、咳嗽等症。由于《中国药典》2005 年版收载了药材中黄芩苷和牛蒡子苷的含量测定方法^[1],而呼吸通口服液现行质量标准中没有收载,因此本文采用 HPLC 同时测定该制剂中黄芩苷和牛蒡子苷的含量,且证明方法简便、准确、重复性好,可用于该制剂的质量控制。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(美国 HP-1100),紫外分光光

[收稿日期] 20100420(007)

[基金项目] 南京市医学科技发展项目(YKK08109)

[第一作者] 张永,药师,从事医院药学研究,Tel: 025-83117533,E-mail:fusematic@163.com

[通讯作者] *徐康康,副主任药师,主要从事医院药学和管理工作,E-mail:kangkang4425@126.com

度计(日本岛津 UV-2401 型),电子分析天平(瑞士梅特勒 AE204 型)。

黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110715-200815);牛蒡子苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110819-200606),甲醇、乙腈为色谱纯,水为超纯水,其他试剂为分析纯;呼吸通口服液(南京市儿童医院制备,批号 100222,100130,100116)。

2 方法与结果

2.1 测定波长的选择 取黄芩苷和牛蒡子苷对照品,用甲醇配制成适当浓度,测定吸收光谱,黄芩苷和牛蒡子苷分别在 214 nm 和 208 nm 处有最大吸收波长。考虑到处方中牛蒡子用量相对较少,因此选择 208 nm 为测定波长,使两者的峰面积尽量匹配。

2.2 色谱条件 色谱柱 platisil ODS(4.6 mm × 250 mm 5 μm),流动相乙腈-0.02% 磷酸溶液(33:66),流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长 208 nm,柱温室温。

2.3 溶液的制备

2.3.1 对照品溶液 精密称取黄芩苷适量,置 50

mL 棕色量瓶中,甲醇溶解,定容,得质量浓度为 250 mg·L⁻¹的储备液 I。精密称取牛蒡子苷适量,置 10 mL 棕色量瓶中,甲醇溶解,定容,得质量浓度为 500 mg·L⁻¹的储备液 II。分别移取黄芩苷储备液 I 1.5 mL 和牛蒡子苷储备液 II 0.5 mL,至同一 5 mL 量瓶,用流动相稀释,定容,即得(含黄芩苷和牛蒡子苷分别为 75,50 mg·L⁻¹)。

2.3.2 供试品溶液的制备 移取样品 1 mL,至 100 mL 量瓶中,用流动相稀释,定容。取 1 mL,离心(10 000 r·min⁻¹) 4 min,上清液为供试品溶液。

2.3.3 阴性对照溶液 取处方中除黄芩和牛蒡子外的其他药材,按供试品制备工艺制成阴性样品,按 2.3.2 项下方法制备阴性对照液。

2.4 系统适应性与阴性对照试验 取对照品溶液、供试品溶液及阴性对照溶液各 20 μL 进样,供试品色谱中黄芩苷和牛蒡子苷的保留时间分别为 5.3 min 和 6 min,与其他成分较好分离,阴性对照溶液在此保留时间无干扰。见图 1。

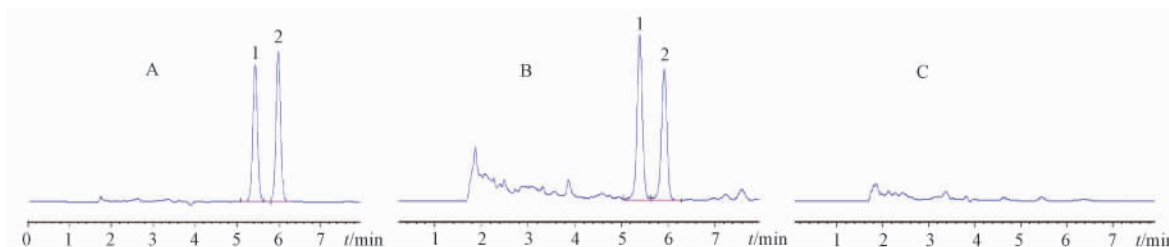


图 1 呼吸通口服液含量测定 HPLC

A. 对照品;B. 供试品;C. 阴性对照;1. 黄芩苷;2. 牛蒡子苷

2.5 线性关系考察 分别精密吸取黄芩苷储备液 I 和牛蒡子苷储备液 II 适量,至 100 mL 量瓶,加流动相稀释至刻度,摇匀,制得标准曲线溶液系列(黄芩苷的质量浓度为 10,20,40,60,80,100 mg·L⁻¹,牛蒡子苷的质量浓度为 5,10,20,30,40,50 mg·L⁻¹),取 20 μL 进样,测定峰面积,与进样浓度进行线性回归,分别得回归方程 $A_{\text{黄}} = 382.64C - 94.5$ ($R = 0.9995$); $A_{\text{牛}} = 78.678C - 48.728$ ($R = 0.9997$)。表明黄芩苷在 10 ~ 100 mg·L⁻¹,牛蒡子苷在 5 ~ 50 mg·L⁻¹有良好的线性关系。

2.6 精密度试验 精密吸取 2.5 项下对照品溶液(黄芩苷质量浓度 40 mg·L⁻¹,牛蒡子苷质量浓度 20 mg·L⁻¹)20 μL,按 2.2 项下色谱条件进样测定,连续测定 6 次。结果,黄芩苷的 RSD 0.72%,牛蒡子苷的 RSD 0.68%,精密度良好。

2.7 稳定性试验 取已测含量的供试品溶液,分别于 0,2,8,12,24,48 h 进行测定,对主要色谱峰面积进行考察,黄芩苷峰面积的 RSD 0.92%,牛蒡子苷峰面积的 RSD 0.78%,供试品溶液在 48 h 内基本稳定。

2.8 重复性试验 取同一批号呼吸通口服液(批号 100222)6 份,按 2.2.2 项下方法操作,制备供试品溶液,按 2.2 项下色谱条件进样测定。呼吸通口服液(10 mL)中黄芩苷的平均质量浓度为 3.125 g·L⁻¹(RSD 0.55%),牛蒡子苷的平均质量浓度 2.503 mg·mL⁻¹(RSD 0.34%),方法重复性良好。

2.9 加样回收率试验 精密移取已知含量的样品(批号 100222)0.5 mL,共取 6 份,分别加入一定量的黄芩苷和牛蒡子苷对照品,按 2.2 项下色谱条件测定,计算加样回收率,结果黄芩苷的平均回收率

99.8% ,RSD 0.19% ;牛蒡子苷的平均回收率 100.1% ,RSD 0.18% 。结果见表 1。

2.10 样品含量测定 按 2.2 项下方法操作 ,制备供试品溶液 ,测定 3 批样品(批号 100222 ,100130 ,100116) ,结果黄芩苷质量浓度分别为 3.125 ,3.135 ,3.109 $g \cdot L^{-1}$;牛蒡子苷质量浓度分别为 2.502 2.534 2.498 $g \cdot L^{-1}$ 。

表 1 加样回收率试验结果 (n = 6)

组分	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
黄芩苷	1.563	1.50	3.060	99.9	99.8	0.19
	1.564	1.50	3.064	100.0		
	1.568	1.50	3.071	100.1		
	1.560	1.50	3.049	99.7		
	1.565	1.50	3.054	99.6		
	1.563	1.50	3.056	99.8		
牛蒡子苷	1.249	1.25	2.502	100.1	100.1	0.18
	1.250	1.25	2.502	100.1		
	1.246	1.25	2.508	100.5		
	1.250	1.25	2.499	100.0		
	1.253	1.25	2.502	100.0		
	1.251	1.25	2.505	100.2		

3 讨论

本试验对呼吸通口服液黄芩苷和牛蒡子苷建立了含量测定方法 ,结果准确可靠 ,可以用于呼吸通

口服液的质量控制。

高效液相色谱法测定黄芩苷和牛蒡子苷的报道比较多^[2-4] ,但是中药制剂的处方成分复杂 ,逐一测定各药物含量 ,费时费力。利用 HPLC 同时测定黄芩苷和牛蒡子苷含量的文献报道较少 ,周晓英^[5]曾报道过同时测定黄芩苷和牛蒡子苷的方法 ,但是该方法出峰时间比较长 ,超过 20 min ,且对柱温要求高 ,要配备柱温箱。通过反复试验 ,我们优化试验方法 :提高有机相的比例 ,可以明显缩短洗脱时间 ;室温环境即可满足试验要求 ,降低了对仪器设备的要求。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京:化学工业出版社 2005:211 A8.
- [2] 赵玉佳,孟祥丽,鞠宝玲. HPLC 测定双黄连口服液中黄芩苷的含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 15(4):90.
- [3] 刘雅茹,王雪峰,孟宪生,等. HPLC 测定银翘散中牛蒡子苷的含量[J]. 中国中药杂志 2006, 31(13):1113.
- [4] 路玫,谢东,洗银丽. RP-HPLC 法同时测定蓝芩口服液中栀子苷和黄芩苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2008, 14(9):7.
- [5] 周晓英. HPLC 测定小儿咳嗽宁糖浆中牛蒡子苷和黄芩苷的含量[J]. 华西药理学杂志 2000, 16(4):303.

[责任编辑 仝燕]

本刊欢迎网上投稿

《中国实验方剂学杂志》2010 年正式施行网上投稿 ,请登录本刊网站 [www. syfjxzz. com](http://www.syfjxzz.com) 注册会员 ,登陆采编系统之后按照提示在线投稿。本刊对网上来稿免收稿件处理费。编辑部对来稿有修改权。经审后 ,如录用 ,请按通知要求交纳论文发表费。(见本刊稿约 7 投稿及缴费)