

参考文献:

[1] 姜舜尧,田颂九,刘 琼. 用 2种高效液相色谱分离模式分析半夏糖浆中麻黄碱和伪麻黄碱成分 [J]. 药物分析杂志, 2003, 23(5): 342

[2] 杨文远,杨美君,王天勇. 反高效液相色谱法同时测定麻黄中麻黄碱和伪麻黄碱 [J]. 宁夏大学学报 (自然科学版), 1998, 19(3): 254

[3] 陈 勇. HPLC测定解毒万灵丸中盐酸麻黄碱和盐酸伪麻黄碱的含量 [J]. 中成药, 2004 26(3): 195-198

[4] 王宝琴,苏 健,韩敏彩,等. 麻黄及其制剂中麻黄类生物碱的含量测定方法研究进展 [J]. 中国中医药信息杂志, 2004 11(3): 274

[5] 中国药典 2005年版一部 [S]. 2005 224.

HPLC测定胃肠合剂中芍药苷和黄芩苷的含量

凌 明, 马安宇
(浙江省金华市药品检验所,浙江 金华 321000)

关键词: HPLC; 芍药苷; 黄芩苷

摘要: 目的: 建立测定胃肠合剂 (白芍、黄芩、大黄等)中芍药苷和黄芩苷的高效液相色谱法。方法: 色谱柱为 Ultimate XB-C₁₈柱 (5 μ m, 250 mm $\times$ 4.6 mm), 以甲醇-水-醋酸 (35: 65: 1) 为流动相, 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 244 nm。结果: 芍药苷和黄芩苷均在 25 μ g/mL~ 250 μ g/mL范围内呈线性关系, 平均回收率分别为 98.12% 和 96.81%, *RSD* 为 1.16% 和 0.95% (*n* = 6)。结论: 本法可同时测定胃肠合剂中芍药苷和黄芩苷的含量, 方法简便、准确。

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1001-1528(2008)09-1311-02

Detem ination of paeoniflorin and baicalin in W eichang Heji by HPLC

LING Ming MA An-yu
(Jinhua Institute For Drug Control Jinhua 321000, China)

KEYWORDS HPLC; paeoniflorin; baicalin

ABSTRACT: **AM:** To establish a HPLC method for detem ing paeon iflorin and baicalin in W eichang H eji (*Ra-dix Paeoniae alba*, *Radix Scutellariae*, *Radix et Rhizoma Khej* etc). **METHODS** The column was Ultimate XB-C₁₈ (5 μ m, 250 mm $\times$ 4.6 mm), methanol-water-acetic acid (35: 65: 1) as the mobile phase at a flow rate of 1.0 mL/min, the detecting wavelength was at 244 nm. **RESULTS** The linear range was with in 25 μ g/mL- 250 μ g/mL for paeon iflorin and baicalin. The average recovery rate was 98.12% and 96.81%, respectively. *RSD* was 1.16% and 0.95% (*n* = 6) respectively. **CONCLUSION:** The method is simple and accurate. It can be used to detem ine the contents of paeon iflorin and baicalin in W eichang H eji meantime.

胃肠合剂是金华市中医院制剂室根据临床需要研制的一种中药制剂, 对于常见胃肠病具有较好的疗效, 弥补了胃肠道用药的不足, 现在该院临床广泛使用。其处方由白芍、黄芩、大黄、当归等多味药组成。

文献曾报道用高效液相色谱法分别测定芍药苷和黄芩苷^[1]的含量, 而本试验建立了 HPLC 法同时

测定胃肠合剂中芍药苷和黄芩苷的含量, 方法简便、准确, 可为制定胃肠合剂质量标准及产品质量控制提供依据。

1 仪器与试药

Shimadzu LC2010AHT 高效液相色谱仪 (带自动进样); UV 检测器; LC Solution 工作站; XS-105 电子天平。甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 其余试剂为分析

收稿日期: 2008-04-11

作者简介: 凌 明 (1975-), 男, 主管药师, 研究方向: 药品检验, 电话: 0579-82303554 E-mail: phamacis08@163.com

纯。芍药苷和黄芩苷对照品由中国药品生物制品检定所提供, 胃肠合剂(规格: 200 mL)由金华市中医院制剂室制备。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适应性试验

色谱柱: Ultimate XB-C₁₈ (5 μm, 250 mm × 4.6 mm)柱, 流动相: 甲醇-水-醋酸(35: 65: 1), 流速 1.0 mL/min, 检测波长 244 nm, 柱温: 30 ℃, 进样量 20 μL。在该色谱条件下, 芍药苷和黄芩苷的保留时间分别为 9.3 min 和 27.4 min, 理论板数分别为 7 684 和 39 857, 分离度大于 2; 峰面积的 RSD 为 1.2% (n = 6)。从色谱图可以看出, 胃肠合剂中的芍药苷和黄芩苷和其他组分达到了基线分离, 峰形对称, 且阴性无干扰, 专属性好。色谱图见图 1。

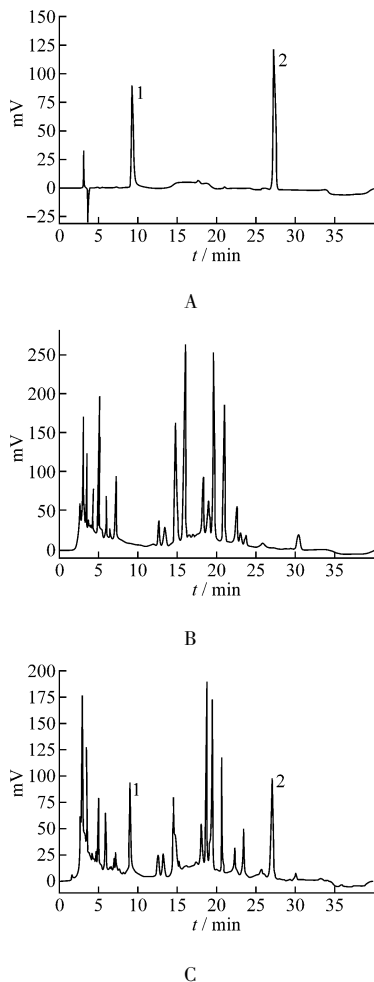


图 1 高效液相色谱图
A. 对照品溶液 B. 阴性样品溶液 C. 供试品溶液 1. 芍药苷
2. 黄芩苷

2.2 溶液的制备

精密称取芍药苷对照品 25 mg 和黄芩苷对照品 25 mg 置 250 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻

度, 摇匀, 即得每 1 mL 中含芍药苷和黄芩苷均为 100 μg 的对照品溶液, 备用; 精密吸取胃肠合剂 20 mL, 置 250 mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 进样前用 0.45 μm 滤膜过滤, 取续滤液即得供试品溶液。

2.3 方法学考察

线性关系考察: 取芍药苷和黄芩苷对照品溶液, 精密吸取该系列浓度的对照品溶液各 5 10 20 30 50 μL 进样, 测定峰面积, 以峰面积 A 为纵坐标, 浓度 C (μg/mL) 为横坐标, 绘制芍药苷和黄芩苷标准曲线。回归方程、相关系数 (n = 5) 分别为: $A = 2 \times 10^4 C - 23\,703$ $r = 0.999\,7$; $A = 3 \times 10^4 C + 23\,703$ $r = 1.000\,0$ 。结果表明芍药苷和黄芩苷浓度在 25 μg/mL ~ 250 μg/mL 范围内呈良好线性关系。

精密度试验: 精密吸取同一浓度的对照品溶液 20 μL, 重复进样 6 次, 测定峰面积, 其 RSD = 1.3%。

重复性试验: 取同一批号胃肠合剂制备 6 份供试品溶液, 分别重复进样, 测定峰面积, 其 RSD = 1.7%, 表明本方法重复性良好。

加样回收试验: 精密吸取已测知含量的胃肠合剂(含芍药苷 0.643 mg/mL 和黄芩苷 0.785 mg/mL) 6 份各 20 mL, 分别精确加入含 2.57 mg/mL 的芍药对照品和 3.15 mg/mL 的黄芩苷对照品混合溶液 4.5 mL, 按“2.2”项下方法进行溶液制备, 取 20 μL 进样测定, 按峰面积外标法计算含量, 结果见表 1 和表 2。

表 1 芍药苷加样回收试验 (n = 6)

样品含量 /(μg/mL)	加入量 /(μg/mL)	测得量 /(μg/mL)	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
51.44	41.12	91.36	97.08	98.12	1.16
51.44	41.12	91.45	97.30		
51.44	51.40	102.75	99.82		
51.44	51.40	101.38	97.16		
51.44	61.68	112.56	99.09		
51.44	61.68	112.06	98.28		

表 2 黄芩苷加样回收试验结果 (n = 6)

样品含量 /(μg/mL)	加入量 /(μg/mL)	测得量 /(μg/mL)	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
62.80	50.40	112.12	97.86	96.81	0.95
62.80	50.40	112.01	97.64		
62.80	63.00	123.65	96.59		
62.80	63.00	123.11	95.73		
62.80	75.60	135.23	95.81		
62.80	75.60	136.32	97.25		

阴性干扰试验: 按处方组成, 取除白芍和黄芩以

外的其余药材,按工艺要求制成不含白芍和黄芩的合剂,按供试品溶液项下的方法操作,即得阴性对照溶液,依法测定。结果表明,阴性样品对样品测定无干扰。

2.4 样品的测定

取“2.2”项下对照品溶液与供试品溶液 20 μ L 进样,测定,计算,结果 3 批胃 肠 合 剂 (批 号 20070512 20070726 20071023) 芍药苷和黄芩苷的含量分别为 0.665 mg/mL 和 0.776 mg/mL, 0.643 mg/mL 和 0.785 mg/mL, 0.628 mg/mL 和 0.736 mg/mL,相应的 *RSD* (*N* = 4)分别为 1.65% 和 1.21%, 1.53% 和 1.31%, 1.71% 和 1.34%。

喉痛解毒丸质量标准的研究

吴晓辉, 阮金兰*, 汤莹, 蔡亚玲, 黄晓华
(华中科技大学同济医学院药学院,湖北武汉 430030)

关键词: 喉痛解毒丸; 质量标准; 冰片; 蟾酥; 山豆根; 华蟾酥毒基; 脂蟾毒配基; HPLC

摘要: 目的: 建立喉痛解毒丸的质量标准。方法: 用薄层色谱法鉴别喉痛解毒丸中的冰片、蟾酥、山豆根; 用古蔡氏法对其中的雄黄中含有的三氧化二砷进行了限量检测; 用高效液相色谱法对蟾酥中的华蟾酥毒基和脂蟾毒配基进行了定量分析。结果: 鉴别方法专属性强; 华蟾酥毒基和脂蟾毒配基的线性范围分别为 56~ 336 μ g/mL 及 29~ 174 μ g/mL; 平均加样回收率分别为 100.2% 和 99.3%, *RSD* 分别为 1.16% 和 1.10%, 精密度和重现性均良好。结论: 本法操作简便、快速、准确, 可用来控制样品的质量。

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1001-1528(2008)09-1313-03

喉痛解毒丸由牛黄、冰片、雄黄、蟾酥、青黛、山豆根、百草霜 7 味中药组成; 具有清热解毒, 消炎止痛功能。用于喉痹乳蛾、疔疮肿毒以及口舌生疮。原质量标准中没有雄黄的限量检测和专属性的含量测定方法。为了有效控制其质量, 本试验对冰片、蟾酥、山豆根进行了薄层色谱鉴别, 用古蔡氏法对其中的雄黄中含有的三氧化二砷进行了限量检测; 用高效液相色谱法对蟾酥中的主要成分进行了含量测定。现将试验结果报告如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

HP agilent 1100 Series 高效液相色谱仪, 浙大 N2000 工作站, Agilent C₁₈ (250 mm $\times$ 4.6 mm, 0.5

3 讨论

3.1 根据芍药苷对照品和黄芩苷对照品溶液的紫外扫描结果, 选定 244 nm 为检测波长。因二者在 244 nm 处有较大吸收, 灵敏度高, 可减少取样量, 减少对柱污染。

3.2 曾用甲醇-水-磷酸 (50: 50: 0.1) 等多种流动相试验, 以本试验采用的流动相所得图谱的峰形及分离度最好。

参考文献:

[1] 中国药典 2005 年版一部 [S]. 2005. 408-422.

μ m) 色谱柱。

1.2 对照品及对照药材

山豆根对照药材及冰片、华蟾酥毒基、脂蟾毒配基对照品均购自中国药品生物制品检定所。

1.3 试剂

硅胶 G 及 GF₂₅₄ 薄层板 (青岛海洋化工集团公司), 无水乙醇、甲苯、丙酮、石油醚、氯仿、硫酸、甲醇、氨水、香草醛、碘化铋钾均为国产分析纯。乙腈为色谱纯, 水为 I 级水。样品喉痛解毒丸批号为 060318 060526 060721, 由武汉中联药业集团提供。

2 定性鉴别

2.1 冰片 TLC 鉴别

2.1.1 对照品溶液的制备

收稿日期: 2007-09-04

作者简介: 吴晓辉 (1980-), 男, 博士生, 从事天然药物活性成分的研究, E-mail: lnhghu804@163.com.

* 通讯作者: 阮金兰 (1952-), 男, 博士生导师, 电话: 027-83692892, E-mail: jinlan8152@163.com.