

氯化铵 20mL 缓冲液,使供试液 pH 值维持在 10 左右,较为合适。

从上述实验结果看,经过加样回收率试验,表明该方法简单、准确、可行,可用于该试剂的含量测定。

参考文献:

- [1] 化学品毒性、法规、环境数据手册[M]. 北京:中国环境科学出版社,1992:604.
[2] 中国人民解放军广州军区后勤部卫生部编. 广州部队医院制剂选编[M]. 1989:91.

收稿日期:2003-03-24

反相高效液相色谱法测定消炎颗粒中黄芩苷的含量

秦红霖(北京军区药检所,北京 100071)

摘要 目的:测定消炎颗粒中黄芩苷的含量。方法:RP-HPLC 法,采用 C_{18} 分析柱,甲醇-0.2%磷酸(60:40)为流动相,检测波长为 280nm。结果:该法平均回收率为 100.64%, $RSD=1.69\%$ ($n=5$)。结论:本法快速、准确,样品处理简便易行,重现性好。

关键词 反相高效液相色谱法;消炎颗粒;黄芩苷

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)04-0218-02

Determination of baicalin in Xiaoyan granules by RP-HPLC

QIN Hong-lin(Institute for Drug Control of Beijing Command of PLA, Beijing 100071, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To determine the content of baicalin in Xiaoyan granules. **METHODS:** Reverse-phase high performance liquid chromatography was established. A C_{18} column (250mm × 4.6mm, 5 μ m) with mobile phase of MeOH:0.2% phosphat (60:40) was used. The detection wavelength was 280nm. **RESULTS:** The mean recoveries were 100.64% ($RSD=1.69\%$). **CONCLUSION:** The method was rapid, sensitive and accurate.

KEY WORDS RP-HPLC; Xiaoyan granules; baicalin

消炎颗粒是以黄芩、板兰根、麦冬等多味中药组成的复方制剂。具有清热解毒、消炎利咽之功效。临床用于呼吸道感染,为了有效控制产品质量,保证临床用药安全,笔者采用反相高效液相色谱法对该药中黄芩成分黄芩苷(baicalin)进行了含量测定,并经方法学考察,认为本法可行。

1 仪器与药品

高效液相色谱仪(美国惠普 HP 1050-DAD 系统)。黄芩苷对照品供含量测定用(中国药品生物制品检定所提供);消炎颗粒(批号:980706 980809 980905,第 466 医院制剂室);甲醇(色谱纯);其它试剂均为分析纯。

2 试验部分

2.1 色谱条件 色谱柱:Kormasil C_{18} 分析柱(250mm × 4.6mm, 5 μ m),流动相:甲醇-0.2%磷酸(60:40);检测波长:280nm;流速:1.0mL/min;柱温:室温。见图 1。

2.2 供试品溶液的制备 精密称取消炎颗粒

0.1g,加甲醇 30mL,超声 30min,过滤,滤液加甲醇定容置 50mL 量瓶中,精密量取 1mL,定容至 5mL 量瓶中,用 0.45 μ m 滤膜滤过,作为供试品溶液。

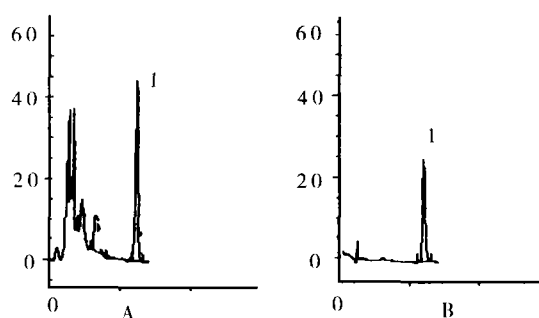


图 1 样品(A)和对照品(B)色谱图
1-黄芩苷

2.3 对照品溶液的制备 精密称取黄芩苷对照品,加甲醇制成每 1mL 含 50 μ g 的对照品溶液。

2.4 线性关系及标准曲线 分别精密吸取上述对照品溶液 2.5、5、10、15、20 μ L,依次进样,按上述色谱条件测定,以峰面积分值为纵坐标,黄芩苷进样量

(μg)为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为:
 $Y = 88.6585X - 12.9146, r = 0.9999 (n = 5)$ 结果表明黄芩苷在 13.25 ~ 106 μg 范围内呈线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液 10 μL , 注入液相色谱仪,按上述色谱条件试验,重复测定 5 次,黄芩苷峰面积积分值的 *RSD* 为 0.47%。

2.6 稳定性试验 取供试品溶液(批号 980905), 在 0, 0.5, 1, 2, 4, 24h 分别进样 10 μL , 记录峰面积, 结果 6 次进样黄芩苷峰面积积分值 *RSD* 为 0.98%, 表明供试品溶液较稳定。

2.7 重复性试验 取同一批样品(980905)5 份, 分别按供试品测定法测定,测得 5 次结果为:黄芩苷平均含量 = 27.82 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, *RSD* = 1.05%。

2.8 加样回收率试验 取已知含量的供试品约 0.05g, 精密加入黄芩苷对照品溶液适量,按“供试品溶液的制备”项下操作,计算回收率,测得黄芩苷的平均回收率为 100.64% (*RSD* = 1.69%), 结果见表 1。

表 1 加样回收率测定结果

称样量 (g)	相当黄芩苷量 (mg)	加入黄芩苷量 (mg)	测得黄芩苷量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)
0.0568	1.5802	1.5900	3.1514	98.82	
0.0673	1.8723	1.5900	3.4626	100.02	
0.0557	1.5496	1.5900	3.1927	103.34	100.64
0.0466	1.2964	1.5900	2.8861	99.98	<i>RSD</i> =
0.0555	1.5440	1.5900	3.1502	101.02	1.69%

2.9 供试品的测定 精密吸取对照品溶液、供试品溶液各 10 μL , 按上述色谱条件测定,以外标法计算

供试品中黄芩苷的含量,共测定 3 批供试品,结果见表 2。

表 2 供试品测定结果 ($n = 3$)

批号	供试品含量 ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
980706	27.53
980809	27.13
980905	27.82

3 讨论

3.1 采用本方法测定消炎颗粒中黄芩苷含量具有简便,重复性好,测量精密度高的优点。从测量结果可以看出,消炎颗粒中黄芩苷含量为 27.49 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, 作为消炎颗粒质量控制指标,黄芩苷的含量应不低于 20 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 为宜。

3.2 文献报道^[1] 黄芩苷在 242nm、310nm、271nm 处有最大吸收,笔者采用 310nm 测定,黄芩苷峰型不佳,和其它杂质峰难以分离。采用 280nm 为黄芩苷的检测波长,得到了满意分离。

3.3 文献报道^[2] 用高效液相法测定黄芩苷含量选用甲醇-3%醋酸(37:63), 0.2 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 磷酸缓冲液-乙腈(76:24)为流动相,笔者采用甲醇-0.2%磷酸(60:40)为流动相,分离效果理想。

参考文献:

[1] 国家医药管理局中草药情报中心站编. 植物药有效成分手册 [M]. 北京:人民卫生出版社.
 [2] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究 [M]. 北京:中国医药科技出版社, 111.

收稿日期:2003-03-31

HPLC 对人血浆中葛根素及葛根黄酮的线性考察

郭建平¹, 李国栋², 赵彤英³, 范伟² (1. 中国人民解放军第 272 医院, 天津 300020; 2. 第二军医大学药学院, 上海 200433; 3. 北京军区药检所, 北京 100071)

摘要 目的:对葛根素及葛根黄酮进行人血浆的线性考察,据此检测葛根素、葛根黄酮及其制剂人体内的药动学行为。**方法:**用高效液相色谱法考察,色谱条件:流速 = 1 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$;柱温:20 $^{\circ}\text{C}$;检测波长:250nm;进样量 50 μL ;流动相:甲醇:水 = 25:75。**结果:**葛根素 *R* = 6.56, 精密度试验 *RSD* \leq 5.02%, 平均回收率 = (100.9 \pm 0.5)%, 葛根素及葛根黄酮血浆测定的线性范围 0.0295 ~ 0.708 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。**结论:**用高效液相色谱法可作为葛根素、葛根黄酮及制剂人体内药动学的检测手段,为检测葛根黄酮及制剂人体内的药动学行为提供了方法。

关键词 高效液相色谱; 葛根素; 葛根黄酮

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)04-0219-03