

文章编号: (2006) 02-0040-04

HPLC 法测定中药鼻通水中黄芩苷的含量

宋 涛, 王东凯, 高 红, 孔俐文, 王丽君

(沈阳药科大学 药学院, 辽宁 沈阳 110016)

摘要: **目的** 测定中药鼻通水中黄芩苷的含量。**方法** 用 HPLC 法测定自制的鼻通水制剂中黄芩苷的含量。**结果** 三批自制鼻通水中黄芩苷的含量分别是: 11.4 mg·mL、12.7 mg·mL 和 11.9 mg·mL; 平均回收率 99.75%, 其 RSD=0.42%。**结论** 用 HPLC 法测定中药鼻通水中黄芩苷的含量, 方法简便、易行、可靠。

关键词: 药剂学; 含量测定; HPLC; 鼻通水; 黄芩苷

中图分类号: R 94

文献标识码: A

鼻通水是由卫生部《药品标准》中药成方制剂第 1 册所载鼻通丸经改变剂型制成的中药四类新药, 临床主要用于急、慢性鼻炎^[1]。目前市售产品的商品名为“鼻通滴鼻剂”, 已广泛应用。本文采用水提醇沉法制备了鼻通水, 用 HPLC 法测定了自制中药鼻通水中黄芩苷的含量, 并与市售品进行比较。

1 处方及制备

1.1 处方组成

鼻通水由苍耳子(炒)(75 g)、辛荑(25 g)、白芷(50 g)、鹅不食草(25 g)、薄荷(75 g)、黄芩(75 g)、甘草(25 g)等中药材提取而成。

1.2 药材、仪器与试剂

处方药材购自沈阳博康大药房, 经鉴定质量均符合《中国药典》2005 版一部各规定项下的标准; ZFQ85A 旋转蒸发器为上海医械专机厂产品; 所用试剂为分析纯。

1.3 制备方法

(1) 处方量的苍耳子(炒)、辛荑、白芷、鹅不食草、薄荷等 5 味药材用水蒸汽蒸馏提取芳香水备用。(2) 蒸馏后的药渣与处方量的黄芩和甘草一起加水煎煮 3 次, 每次 1.5 h, 合并煎液, 滤过, 滤液浓缩至适量, 加入乙醇至乙醇体积分数为 70%, 搅匀, 静置 24 h, 过滤, 回收乙醇, 浓缩至适量, 备用^[2-4]。(3) 将(1)中提取的芳香水加入(2)中制得的浓缩备用液中, 再加入适量蒸馏水至 350 mL。

2 含量测定

2.1 仪器与试剂

仪器: 岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪; 岛津 SPD-10A 紫外检测器; ANASTAR 色谱工作站; C18 柱 (Dikma 公司, 5 μ, 200 mm×4.6 mm)。

收稿日期: 2005-11-14

作者简介: 宋涛 (1975-), 女 (汉族), 黑龙江齐齐哈尔人, 硕士; 王东凯 (1962-), 男 (汉族), 辽宁新民人, 副教授, 主要从事药剂学研究工作, Tel. (024) 23986310, E-mail WangDKsy@126.com。

试药: 鼻通水(自制三批: 050310、050423、050619); 鼻通滴鼻剂(批号: 041101, 购自沈阳博康大药房); 黄芩苷对照品(购自中国药品生物制品检定所); 其他试剂均为分析纯。

2.2 黄芩苷含量测定

参照《中国药典》2005年版一部附录VID项下高效液相色谱法测定。

色谱条件^[2]: 色谱柱: C18柱(Dikma公司, 5 μ m, 200 mm \times 4.6 mm); 流动相: V(甲醇): V(水): V(磷酸)=47: 53: 0.2; 检测波长: 278 nm; 流速: 1.0 mL \cdot min⁻¹。

对照品溶液的制备: 精密称取黄芩苷对照品适量, 加甲醇制成质量浓度为 60 μ g \cdot mL⁻¹的溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 精密量取自制鼻通水 1 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 过 0.45 μ m 的滤膜, 即得。

测定方法: 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 20 μ L, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

线性关系考察: 精密称取黄芩苷对照品适量, 加甲醇稀释成 300 μ g \cdot mL⁻¹, 精密吸取 1、2、4、6、8、10 mL, 置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 配制成浓度分别为 30、60、120、180、240、300 μ g \cdot mL⁻¹的溶液。依法进行测定, 以测得的黄芩苷的峰面积为纵坐标、浓度为横坐标进行线性回归, 得回归方程为 $A=67681C-107423$, 相关系数 $R^2=0.9998$ 。实验结果表明在浓度 30~300 μ g \cdot mL⁻¹ 范围内峰面积与浓度具有较好的线性关系(见表 1)。

Table 1 The data of concentration and peak area of baicalin by HPLC

A	C/ (μ g \cdot mL ⁻¹)	A	C/ (μ g \cdot mL ⁻¹)
2001326	30	11952624	180
3991239	60	16082056	240
7946201	90	20325574	300

精密度试验: 精密吸取对照品溶液 20 μ L, 注入液相色谱仪, 连续进样 6 次, 测定, 求得 RSD = 1.17% ($n=6$)。

回收率试验: 精密吸取 3 份已知含量的样品溶液 1 mL, 分别置于 3 个 100 mL 的量瓶中, 分别精密加入浓度为 3.06 mg \cdot mL⁻¹ 的对照品溶液 1、2、5 mL, 加水至刻度。本底浓度为 103.1 μ g \cdot mL⁻¹, 增加浓度分别为 30.6、61.2、153.0 μ g \cdot mL⁻¹, 依法测定, 各测 3 次, 共 9 个测得值, 得平均回收率为 99.75%, 其 RSD=0.42% (见表 2)。

Table 2 The recovery determination for accuracy ($n=9$)

C/ (μ g \cdot mL ⁻¹)	Recovery/ %	Average Recovery/ %	RSD/ %
30.6	99.39		
61.2	100.22	99.75	0.42
153.0	99.65		

样品测定结果: 用所建立的黄芩苷含量测定方法对黄芩苷对照品溶液及三批自制鼻通水所配制的供试品溶液进行测定, 色谱图如图 1 和图 2 所示。

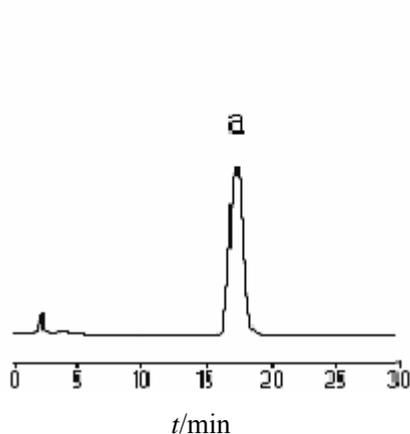


Fig.1 Chromatograph of control solution

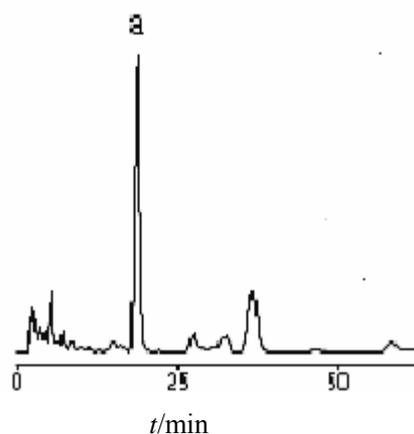


Fig.2 Chromatograph of test solution

由图可见供试品溶液分离效果良好,图1和图2中以“a”为标记的峰为黄芩苷的色谱峰,其保留时间分别是17.74 min和17.82 min。通过上述测定,每个样品连续进样3次,取平均值,3批自制鼻通水及市售品中黄芩苷的含量测定结果见表3。

Table 3 The result of content determination of baicalin

Batch	Average content/ (mg · mL ⁻¹)	RSD/ %
050310	11.4	0.31
050423	12.7	0.78
050619	11.9	0.69
041101	11.6	0.70

可见自制的3批鼻通水中黄芩苷含量分别为11.4、12.7、11.9 mg · mL⁻¹,对应的RSD分别为0.31%、0.78%、0.69%;市售品(041101)中黄芩苷含量为11.6 mg · mL⁻¹,对应的RSD为0.70%,可见自制鼻通水与市售品中黄芩苷含量相当。

3 结论

本文采用HPLC法对3批自制的鼻通水中的黄芩苷含量进行了测定,并与市售品进行了比较,结果表明:用本文方法测得的自制鼻通水与市售品中黄芩苷含量相当,均不低于11.0 mg · mL,精密度良好,回收率高。且该方法简便、易行、可靠,能够为鼻通水的质量控制研究提供可靠依据。

参考文献:

- [1] 陈颖萍,赵美瑾,宋宇宁,等.鼻通水抗炎作用的实验研究[J].中国中医药科技,2003,8(3):148-149.
- [2] 中国药典[S].2005版.一部.北京:化学工业出版社,2005,51-653.
- [3] LI Hui-min, HUANG Yi, CHEN Guang-long. Preparation and clinical application of FUFANG EBUSHICAO DIBIYE [J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs(中草药),2001,32(8):701-702.
- [4] 郭亚红,李家实,潘炯光,等.苍耳子中挥发油的研究[J].中国中药杂志,1994,19(4):235-236.

Content determination of baicalin in Bitongshui with HPLC

SONG Tao, WANG Dong-kai, GAO Hong, KONG Li-wen, WANG Li-jun

(School of Pharmacy, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016, China)

Abstract: Objective Content of baicalin in Bitongshui was determined. **Methods** Content of baicalin in self-made Bitongshui preparation was determined by HPLC. **Result** The average recovery of the method was 99.75% with RSD of 0.42%. Content of baicalin in three batch self-made Bitongshui is respectively 11.4, 12.7 and 11.9 mg per 1mL. **Conclusion** The method of HPLC in this study is convenient, easy and accurate.

Key word: pharmaceutics; content determination; HPLC; Bitongshui; baicalin

(本篇责任编辑: 时硕坤)