



消炎灵口服液中黄芩苷含量的测定

蒋俊毅, 李 祥, 邱蓉丽, 张海霞, 吴志平

(南京中医药大学药学院, 江苏 南京 210029)

[摘要] 目的: 检测消炎灵口服液中黄芩苷的含量。方法: 用高效液相色谱法, 条件采用 Kromosil C₁₈ 柱, 流动相为甲醇-酸水(水 磷酸 = 53 : 0.2)40 : 60, 检测波长 277 nm。结果: 各批消炎灵口服液中黄芩苷的含量每毫升均不低于 0.40 mg, RSD < 5%。结论: 消炎灵口服液中君药黄芩中主要有效成分黄芩苷在制剂中的含量较高, 且稳定、可靠, 可用于消炎灵口服液的质量控制。

[关键词] 消炎灵口服液; 黄芩苷; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1672-1977(2005)01-0054-03

Determination of baicalin in Xiaoyanling Decoction by high-performance liquid chromatography

JIANG Jun-Yi, LI Xiang, QIU Rong-Li, ZHANG Hai-Xia, WU Zhi-Ping

(School of Pharmacy, Nanjing University of Traditional Chinese Medicine, Nanjing, Jiangsu Province 210029, China)

ABSTRACT Objective: To establish a high-performance liquid chromatography (HPLC) method for the determination of baicalin in Xiaoyanling Decoction. Methods: HPLC method was used for determination. A Kromosil C₁₈ column was used. The mobile phase consisted of MeOH-acid water (H₂O : H₃PO₄ = 53 : 0.2) 40 : 60, and the detective wavelength was 277 nm. Results: The content of baicalin in each Xiaoyanling Decoction sample was not less than 0.40 mg/ml (RSD < 5%). Conclusion: The content of baicalin in Xiaoyanling Decoction is high and stable, and it can be used as the quality standard for Xiaoyanling Decoction.

KEY WORDS Xiaoyanling Decoction; baicalin; high-performance liquid chromatography

J Chin Integr Med, 2005, 3(1): 54-56

消炎灵口服液是由黄芩、大黄、黄柏等多味中药加工而成的复方制剂, 为中国传统古方泻心汤的加减方, 具有抗菌消炎之功效, 用于治疗咳嗽、咽喉肿痛等。黄芩为此方中的君药, 其主要成分是黄芩苷(baicalin)。为有效控制该药质量, 我们应用高效液相色谱法(high-performance liquid chromatography, HPLC)对消炎灵口服液中黄芩苷的含量进行了测定。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 Waters515 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司), AEL-40SM 电子天平、UV-2401PC 紫外分光光度计(日本岛津公司)。黄芩苷对照品, 中国药品生物制品检定所提供(批号: 715-9204); 甲醇为色谱纯(批号: 307051),

其他试剂均为分析纯。消炎灵口服液, 南京中医药大学化学教研室提供。

1.2 测定方法 色谱条件为: 色谱柱, Kromosil C₁₈ 柱; 流动相, 甲醇-酸水(水 磷酸 = 53 : 0.2) 40 : 60; 流速, 1.0 ml/min; 柱温, 30 °C; 检测波长, 277 nm; 灵敏度, 2.0。此条件下, 黄芩苷与样品中其他组分可基线分离; 按黄芩苷峰计算, 理论塔板数(N)为 2 500 以上, 取阴性供试液进样。

1.3 供试品溶液的制备 依据黄芩苷的溶解性, 测定选用甲醇作为溶剂。(1)对照品溶液的制备: 精密称取干燥至恒重的黄芩苷 4.62 mg, 置 10 ml 量瓶中, 加甲醇溶解并定容至刻度。(2)供试品溶液的制备: 精密量取消炎灵口服液 2.0 ml, 置 10 ml 量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 摇匀, 即得供试品溶液。另将消炎灵口服液各中药按工艺所得样品液, 除去黄芩后制成

无黄芩口服液,以上法处理制得阴性对照液。

1.4 线性范围考察 精密量取黄芩苷对照品溶液,分别精密吸取0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.4 ml至5 ml量瓶中,加甲醇定容至刻度,即得0.03696、0.05544、0.07392、0.09240、0.11088、0.12936 mg/ml的对照品溶液。进样10 μl,记录色谱图,测定其峰面积,以进样量对峰面积值进行回归分析。

1.5 测试项目 精密度试验、稳定性试验、重现性试验、回收率试验、样品含量测定。

2 结果

2.1 色谱图比较 消炎灵阴性对照品在黄芩苷色谱峰位置处无相应峰出现,对消炎灵口服液中黄芩苷的含量测定无干扰。各测试品溶液的 HPLC 图见图 1。

2.2 线性范围考察 黄芩苷对照品溶液在0.3696~1.2936 μg 范围内进样量与峰面积值呈良好的线性关系。 $r = 0.9996$, $Y = 163812.8 + 2875655X$ 。

2.3 精密度试验 精密吸取供试液,重复进样6次,测得黄芩苷峰面积分别为2911840、2976953、2910687、2875696、2866556、2925349,平均值为2911180, $RSD = 1.35\%$ 。表明精密度良好。

2.4 稳定性试验 取供试液,每隔一定时间进样10 μl。在0、1、3、5、7、9、12 h,测得样品中黄芩苷峰

面积值分别为2904240、2955212、2886705、2935092、2875447、2936158、2995740,平均值为2926942, $RSD = 1.43\%$ 。供试液在12 h内稳定性良好。

2.5 重现性试验 按上文含量测定方法,对同一批样品分别制备6份样品供试液,测得峰面积值分别为2919250、2993340、3072233、2986935、3057590、3021469,平均值为3008470, $RSD = 1.84\%$,表明该方法的重现性较好。

2.6 回收率试验 精密称取黄芩苷对照品适量,加入已知含量的样品(含量:0.48249 mg/ml)1 ml中,分别测定黄芩苷含量,计算回收率。得回收率平均值为99.12%, $RSD = 2.70\%$ 。表明本法回收率较好,方法可行。见表1。

2.7 样品含量测定 精密吸取供试品溶液10 μl,对6批18份样品进行含量测定,结果见表2。根据6批样品测定结果,暂定样品中每毫升含黄芩苷不得少于0.40 mg。

3 讨论

泻心汤是由黄芩、大黄、黄柏等三味药组成的传统古方,具有清热、泻火的作用,常配伍半夏等用于治疗胃肠炎等消化道疾病。在此基础上进行加味配伍,除泻火、解毒功效外,还充分发挥其抗菌消炎的作用,可用于治疗急慢性鼻窦炎、急性扁桃体炎、咽喉炎等症^[1]。

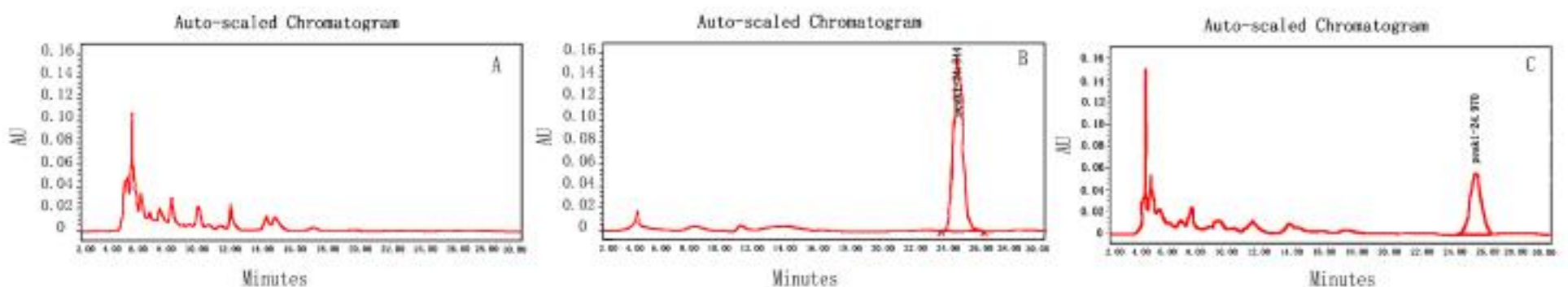


图 1 各测试品溶液的 HPLC 图
Fig 1 Chromatogram of 3 samples

A: Negative sample; B: Standard control; C: Tested sample

表 1 回收率试验结果

Tab 1 Test result of recovery rate

Sample	Added (mg)	Tested (mg)	Recovery rate (%)	Average (%)	RSD (%)
1	0.3896	0.88015	102.1	9.12	2.7
2	0.3896	0.87886	101.7		
3	0.4807	0.97180	100.4		
4	0.4807	0.95220	96.4		
5	0.5844	1.05652	98.2		
6	0.5844	1.04288	95.9		

表 2 消炎灵中黄芩苷含量测定结果
Tab 6 Test result of content of baicalin in Xiaoyanling Decoction

Lot	Sample	Content of baicalin (mg/ml)	Average (mg/ml)	RSD (%)
021106	1	0.48249	0.47589	1.30
	2	0.46932		
	3	0.47586		
021107	4	0.46717	0.46968	1.05
	5	0.46650		
	6	0.47537		
021108	7	0.49583	0.45477	2.36
	8	0.45410		
	9	0.44438		
021109	10	0.41111	0.40620	1.26
	11	0.40091		
	12	0.40659		
021110	13	0.48980	0.49797	1.47
	14	0.50018		
	15	0.50394		
021111	16	0.45946	0.45954	0.59
	17	0.46227		
	18	0.45688		

黄芩苷为消炎灵口服液中君药黄芩的主要有效成分,其在制剂中含量较高,性质较稳定。对黄芩苷的含量测定有紫外分光光度法、高效液相色谱法等多种测定方法^[2,3],其中高效液相色谱法精密度高,重现性好、专属性强,现已被广泛应用。本实验曾以甲醇-酸水(水 磷酸 = 53 : 0.2)47 : 50、47 : 53、50 : 50、45 : 55、42 : 58 作为流动相,但分离效果差(与前后峰未达基线分离);改用甲醇-酸水(水 磷酸 = 53 : 0.2)40 : 60 流动相后,分离效果良好。实验表明,用本法测定黄芩苷在制剂中的含量,定量准确、简便,回收率高,可为消炎灵口服液质量标准控

制提供检测依据。

[参考文献]

- 1 李学兰,杨素云.清热消炎合剂的制备与临床应用[J].山东医药工业,2000,19(6):46-47.
- 2 钟晋.紫外分光光度法测定复方金银花片中黄芩苷的含量[J].重庆医学,2004,33(6):959-960.
- 3 方滢芝,齐薛红.HPLC法测定复方芍药口服液中黄芩苷的含量[J].中药新药与临床药理,2003,14(2):119-120.

[收稿日期] 2004-04-21 [本文编辑] 白玉金

博士后招聘启事

上海中医药大学肝病研究所位于上海市浦东张江高科技园区,是我国中西医结合肝病研究的重要基地。研究所长期致力于中西医结合防治慢性肝病与抗器官纤维化的基础研究,曾获得国家科技进步二等奖与省部级多项奖励。目前承担国家自然科学基金重点项目与面上项目、国家科委攻关项目、上海市科委重大基础项目、上海市教委重点项目等多项课题,主要研究方向包括肝硬化中医治疗基本方剂的方证病态蛋白质组生物信息模式的探索性研究、中医药抗器官纤维化作用机制、中药影响细胞信号转导的抗肝纤维化作用机制、酒精性肝病与脂肪肝的中医药防治机制等。博士后协作导师刘平教授现任中国中西医结合学会肝病专业委员会主任委员、中华医学会肝病分会副主任委员、国家中医药管理局中医肝病重点研究室主任、上海高校中医内科学 E-研究院首席研究员。研究所现有实验室面积 500 m²,仪器设备价值 1 000 余万元,并可共享使用上海中医药大学科技中心多项大型设备。现拟招聘博士后研究人员 2 名。应聘者请将详细工作简历与博士学位论文(如果已有)寄至上海中医药大学肝病研究所。联系人:徐列明所长。邮政编码:201203;E-mail:xulieming@chinatcm.net。

上海中医药大学肝病研究所