

· 研究报告 ·

高效液相色谱法测定气管炎颗粒中黄芩苷的含量

刘彬果, 张新萍(解放军 254 医院, 天津 300142)

[摘要] **目的** 建立高效液相色谱法测定气管炎颗粒中黄芩苷的含量。**方法** 采用 HPLC 法, 色谱柱: ZORBAX SB-C₁₈ 柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm), 以甲醇-0.1% 磷酸(47:53)为流动相, 流速为 1 ml/min, 检测波长为 280 nm。**结果** 黄芩苷在 6.63~210 μg/ml 范围内呈良好线性关系($r=0.999\ 8$, $n=6$), 平均加样回收率为 98.16%, RSD 为 1.89%。**结论** 本法简便、灵敏、准确、重复性好, 结果可靠, 可有效地控制气管炎颗粒的质量。

[关键词] 气管炎颗粒; 黄芩苷; 高效液相色谱法

[中图分类号] R927

[文献标志码] A

[文章编号] 1006-0111(2015)05-0451-02

[DOI] 10.3969/j.issn.1006-0111.2015.05.019

Determination of the content of baicalin in Qiguanyan granules by HPLC

LIU Binguo, ZHANG Xinping (No. 254 Hospital of PLA, Tianjin 300142, China)

[Abstract] **Objective** To establish a method of HPLC for the determination of baicalin in Qiguanyan granules. **Methods** HPLC was performed on ZORBAX SB-C₁₈ (4.6 mm×150 mm, 5 μm) column with mobile phase consisted of methanol-0.1% phosphoric acid (47:53) at ambient temperature. The flow rate was 1.0 ml/min. The detection wavelength was 280 nm. **Results** Baicalin showed a good linearity in the range of 6.63-210 μg/ml ($r=0.999\ 8$, $n=6$), and the average recovery was 98.16% (RSD=1.89%). **Conclusion** This methods was simple, accurate, sensitive, reproducible and reliable, which was suitable for the content control of Qiguanyan granules.

[Key words] Qiguanyan granules; baicalin; HPLC

气管炎颗粒为解放军 254 医院多年的临床经验方, 由生栀子、黄芩、瓜蒌等 9 味中药组成, 具有清热解毒、止咳化痰的功效, 临床适用于急、慢性气管炎, 咳嗽多痰等症状。其现有的质量标准只有中药定性鉴别的方法, 无含量测定项目。黄芩为方中君药, 其活性成分为黄芩苷, 是抗菌消炎的主要药效物质。为了更好地控制气管炎颗粒的质量, 确保该制剂的疗效, 我们以黄芩苷作为定量控制指标, 采用高效液相色谱法测定黄芩苷的含量, 经方法学考察, 该法简便、准确, 无干扰, 可用于评价气管炎颗粒的质量。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(美国 Agilent 1260), OpenLAB CDS 色谱工作站(美国 Agilent 公司), ZORBAX SB-C₁₈ (4.6 mm×150 mm, 5 μm) 色谱柱(美国 Agilent 公司); 黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所), 气管炎颗粒(本院制剂室); 甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 流动相: 甲醇-0.1% 磷酸溶液(47:53); 流速: 1.0 ml/min; 柱温: 室温; 检测波长: 280 nm; 进样量: 10 μl。理论塔板数按黄芩苷峰计算不低于 3 000。

2.2 溶液制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取 105 °C 干燥的黄芩苷对照品 10.5 mg, 置 50 ml 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 作为对照品溶液储备液(0.21 mg/ml)。

2.2.2 供试品溶液 取装量差异下的气管炎颗粒(10 g/袋), 研细, 精密称定约 0.5 g, 置 50 ml 量瓶中, 加入 50% 甲醇适量, 超声处理(功率 250 W, 频率 40 kHz)20 min 使溶解, 放冷, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 取续滤液, 即得^[1,2]。

2.2.3 阴性对照液 按照处方组成比例, 制备不含黄芩药材的阴性样品。按供试品溶液制备方法制备阴性对照液, 并按上述色谱条件进行测定, 结果在与黄芩苷对照品相同保留时间处无色谱峰, 说明本品中的其他成分对黄芩苷的测定无干扰。

[作者简介] 刘彬果, 博士, 主管药师. 研究方向: 药物分析学. Tel: 13682066620; E-mail: lbg991227@163.com

分别精密吸取上述对照品、供试品和缺黄芩药材的阴性对照溶液 10 μ l, 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 结果见图 1。

2.3 线性关系的考察 精密称取黄芩苷对照品制成浓度为 6.63、13.1、26.2、52.5、105、210 μ g/ml

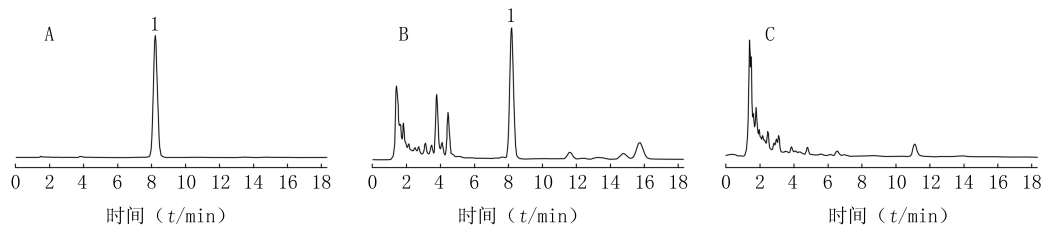


图 1 HPLC 色谱图

A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照品; 1. 黄芩苷

2.4 重复性试验 取同一批号的样品 6 份(批号: 14090137), 按供试品溶液制备方法制得, 依法测定, 结果 RSD 为 0.88% ($n=6$)。

2.5 加样回收率试验 精密称取已知含量的同一批号的样品 5 份, 研细, 并精密加入定量的黄芩苷对照品, 按供试品溶液制备方法制备, 并按上述色谱条件测定。结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果 ($n=5$)

编号	样品量 (m/mg)	加入量 (m/mg)	测得量 (m/mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
1	2.09	2.10	4.12	98.3		
2	2.13	2.10	4.29	101.4		
3	1.99	2.10	3.97	97.1	98.1	1.94
4	1.99	2.10	3.95	96.6		
5	2.12	2.10	4.10	97.2		

2.6 稳定性试验 供试品溶液在室温下放置不同时间(0、1、4、8、10、12、24 h), 测定, 其峰面积 RSD 为 1.76%, 表明供试品溶液在 24 h 内基本稳定。

2.7 样品测定 取样品 3 批, 按上述方法制备供试品溶液, 照上述色谱条件测定, 分别精密吸取对照品溶液(52.5 μ g/ml)和样品溶液, 外标法定量。结果见表 2。

表 2 气管炎颗粒中黄芩苷含量的测定结果 ($n=2$)

批号	黄芩苷含量(mg/袋)	RSD(%)
13170135	42.3	
13370115	44.5	1.75
14090137	44.2	

的溶液。按 2.1 项下色谱条件测定, 以黄芩苷进样量为横坐标, 相应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线。回归方程: $A=16.70 C-9.951$ ($r=0.9998$), 结果表明, 黄芩苷在 6.63~210 μ g/ml 范围内线性关系良好。

3 讨论

关于中药制剂中黄芩苷的含量测定方法已有相关报道^[2,3], 气管炎颗粒的处方药材品种较多, 化学成分复杂, 色谱分离条件需要摸索。本研究对气管炎颗粒中黄芩苷的含量测定色谱条件进行了考察, 经过对黄芩苷对照品溶液的紫外吸收光谱测定, 样品和对照品溶液均在 280 nm 处有最大吸收, 故选择 280 nm 为检测波长。同时考察了不同流动相时的色谱行为, 采用乙腈-水-磷酸体系, 发现峰形对称性不好, 采用药典方法, 甲醇-水-磷酸体系为流动相时, 可有效改善峰形, 达到很好分离效果。经考察我们确定色谱条件为甲醇-0.1% 磷酸(47:53)为流动相, 流速为 1 ml/min, 检测波长为 280 nm。方法学考察的结果表明, 本方法操作简单, 结果准确, 重复性好, 空白无干扰, 可作为气管炎颗粒质量标准中含量测定的方法。

【参考文献】

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2010 年版二部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 282-283.
- [2] 于天杰, 张玲昂. HPLC 法测定退烧颗粒中黄芩苷的含量[J]. 中国药师, 2010, 13(1): 143-144.
- [3] 沈雪梅, 何伟, 李勇. RP-HPLC 法测定清热和胃颗粒中黄芩苷的含量[J]. 广东药学院学报, 2006, 22(3): 268-269.

[收稿日期] 2014-07-04 [修回日期] 2014-11-27

[本文编辑] 顾文华