

HPLC 法同时测定肠肛舒口服液中芍药苷和黄芩苷的含量

周桂芳¹, 夏建洪¹, 凌明²(1. 浙江金华市人民医院, 金华市 321000; 2. 浙江金华市药品检验所, 金华市 321000)

中图分类号 R927.2; R283.61 文献标识码 A 文章编号 1001-0408(2007)24-1876-02

摘要 目的: 建立以高效液相色谱法同时测定肠肛舒口服液中芍药苷和黄芩苷含量的方法。方法: 色谱柱为 Ultimate XB-C₁₈ (250mm × 4.6mm, 5μm), 流动相为甲醇-水-醋酸(35:65:1), 流速为 1.0mL · min⁻¹, 检测波长为 244nm。结果: 芍药苷和黄芩苷分别检测浓度在 0.025~0.25mg · mL⁻¹ 范围内与峰面积积分值呈良好线性关系, 相关系数(*r*)分别为 0.9997 和 1.0000; 平均回收率分别为 98.4% 和 97.0%, RSD 分别为 1.43% 和 1.20% (*n* = 9)。结论: 本法可同时测定肠肛舒口服液中芍药苷和黄芩苷的含量, 方法简便、准确, 可为制定肠肛舒口服液质量标准及产品质量控制提供依据。

关键词 高效液相色谱法; 肠肛舒口服液; 芍药苷; 黄芩苷; 含量测定

Simultaneous Determination of Peoniflorin and Baicalin in Changgangshu Oral Liquid by HPLC

ZHOU Guifang, XIA Jianhong (Zhejiang Jinhua Municipal People's Hospital, Jinhua 321000, China)

LING Ming (Zhejiang Jinhua Institute for Drug Control, Jinhua 321000, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a HPLC method for the simultaneous determination of Peoniflorin and Baicalin in Changgangshu oral liquid. METHODS: The determination was performed on Ultimate XB-C₁₈ (250mm × 4.6mm, 5μm) with mobile phase consisted of methanol-water-acetic acid (35:65:1) at a flow rate of 1.0mL · min⁻¹. The detection wavelength was set at 244nm. RESULTS: The linear ranges of Peoniflorin and Baicalin were 0.025~0.25mg · mL⁻¹ (*r* = 0.9997 vs. 1.0000), with average recovery rates at 98.4% vs. 97.0%, RSD = 1.43% vs. 1.20% (*n* = 9). CONCLUSION: The method was proved to be simple and accurate, and it can be used to determination Peoniflorin and Baicalin simultaneously in Changgangshu oral liquid, furthermore, it provides basis for the setting of quality specification and quality control of Changgangshu oral liquid.

KEY WORDS HPLC; Changgangshu oral liquid; Peoniflorin; Baicalin; Content determination

肠肛舒口服液是浙江金华市人民医院制剂室自制的一种纯中药制剂, 由赤芍、大黄、黄芩、当归等 6 味中药组成, 具有清热凉血、润肠通便之功效, 用于便秘、痔疮等症的治疗, 有较好的疗效。文献曾报道用高效液相色谱(HPLC)法^[1]分别测定芍药苷^[2,3]和黄芩苷^[4,5]的含量。而本文则以 HPLC 法同时测定肠肛舒口服液中芍药苷和黄芩苷的含量, 方法简便、准确, 可为制定肠肛舒口服液质量标准及产品质量控制提供依据。

1 仪器与试剂

LC2010AHT 高效液相色谱仪(日本岛津公司), 包括自动进样器、UV 检测器; LC solution 工作站(日本岛津公司); XS-105 电子天平(上海天平仪器厂); 甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 其余试剂均为分析纯; 芍药苷对照品(批号: 050323)、黄芩苷对照品(批号: 050803) 均由中国药品生物制品检定所提供; 肠肛舒口服液(浙江金华市人民医院制剂室自制, 规格: 10mL · 支⁻¹, 批号: 20050301、20051207、20060508)。

2 方法

2.1 色谱条件

色谱柱: Ultimate XB-C₁₈ (250mm × 4.6mm, 5μm); 流动相: 甲醇-水-醋酸(35:65:1); 流速: 1.0mL · min⁻¹; 检测波长: 244nm; 柱温: 30℃; 进样量: 20μL。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备: 精密称取芍药苷对照品 25mg 和黄芩苷对照品 25mg, 置 250mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得(每 1mL 中含芍药苷和黄芩苷均为 0.1mg)。

2.2.2 供试品溶液的制备: 精密吸取肠肛舒口服液 20mL, 置 250mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 进样前用 0.45μm 微孔滤膜过滤, 即得。

2.2.3 阴性样品溶液的制备: 按处方组成, 取除赤芍和黄芩以外的其余药材, 按工艺要求制成不含赤芍和黄芩的口服液, 按“2.2.2”项下方法操作, 即得。

2.3 系统适应性及专属性考察

在上述色谱条件下, 芍药苷和黄芩苷的保留时间分别为 9.3min 和 27.4min, 理论塔板数分别为 7684 和 39857, 分离度均 > 2。肠肛舒口服液中的芍药苷和黄芩苷与其它组分达到了基线分离, 峰形对称, 且阴性无干扰, 专属性好。HPLC 详见图 1。

2.4 线性关系考察

取芍药苷和黄芩苷对照品溶液, 各精密吸取 5、10、20、30、50μL 进样, 测定峰面积, 以峰面积积分值(*A*)为纵坐标, 浓度(*C*)为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程分别为: ①芍药苷: $A = 2 \times 10^7 C - 23703$ (*r* = 0.9997); ②黄芩苷: $A = 3 \times 10^7 C + 23703$ (*r* = 1.0000)。结果表明, 芍药苷和黄芩苷检测浓度均分别在 0.025~0.25mg · mL⁻¹ 范围内, 与峰面积积分

副主任药师, 研究方向: 医院药学。电话: 0579-82308550, E-mail: jhfuzhouyan@163.com

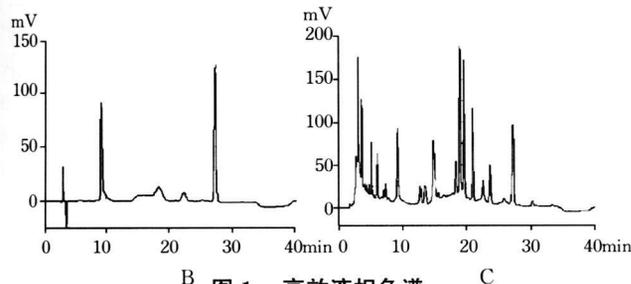
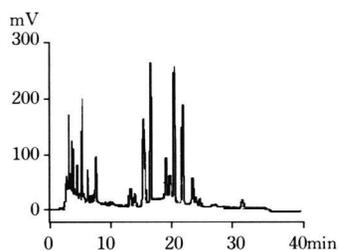


图1 高效液相色谱

A. 阴性样品; B. 对照品; C. 供试品

Fig 1 HPLC

A. negative sample; B. reference substance; C. sample

值呈良好线性关系。

2.5 精密度试验

精密吸取同一浓度的对照品溶液 20 μ L, 重复进样 6 次, 测定峰面积。结果, RSD= 1.3%, 表明仪器精密度良好。

2.6 重现性试验

取同一批肠肛舒口服液制备 6 份供试品溶液, 分别重复进样, 测定峰面积。结果, RSD= 1.7%, 表明本方法重现性良好。

2.7 加样回收率试验

精密吸取已知含量的肠肛舒口服液(含芍药苷 0.643mg \cdot mL⁻¹、黄芩苷 0.785mg \cdot mL⁻¹) 2mL, 分别精密加入含 0.257mg \cdot mL⁻¹芍药苷对照品和 0.314mg \cdot mL⁻¹黄芩苷对照品的混合溶液 4、5、6mL, 按“2.2.2”项下方法进行溶液制备, 取 20 μ L 进样并测定, 按峰面积外标法计算含量。结果详见表 1。

2.8 样品含量测定

取“2.2”项下对照品溶液与供试品溶液各 20 μ L, 按上述色

表 1 加样回收率试验结果(n=9)

Tab 1 Results of recovery test(n=9)

化合物	样品含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	\bar{x} /%	RSD/%
芍药苷	1.286	1.028	2.293	99.1	98.4	1.43
	1.286	1.285	2.532	98.5		
	1.286	1.542	2.757	97.5		
黄芩苷	1.570	1.256	2.775	98.2	97.0	1.20
	1.570	1.570	3.024	96.3		
	1.570	1.884	3.333	96.5		

谱条件进样并测定, 计算样品含量结果详见表 2。

表 2 样品含量测定结果(n=3)

Tab 2 Content determination results of samples(n=3)

批号	芍药苷含量/mg \cdot mL ⁻¹	黄芩苷含量/mg \cdot mL ⁻¹
20050301	0.665	0.785
20051207	0.776	0.628
20060506	0.643	0.736

3 讨论

在对照品溶液制备方法中, 笔者曾进行了提取溶媒的研究, 分别用水、50%乙醇、纯甲醇、纯乙醇提取, 结果发现纯甲醇提取较好, 结果准确, 故选择溶媒为纯甲醇。

参考文献

- [1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典(一部) [S]. 2005年版, 北京: 化学工业出版社, 2005: 422.
- [2] 吕永宁, 张玉良, 徐楚鸿, 等. 反相高效液相色谱法测定疹痒康合剂中芍药苷的含量[J]. 医药导报, 2004, 23(5): 336.
- [3] 王凤玲, 陈静, 侯奋争, 等. 高效液相色谱法测定参芪心血康胶囊中芍药苷的含量[J]. 中国药房, 2006, 17(4): 294.
- [4] 黄庆文, 王红鑫, 陈立. 高效液相色谱法测定复方蒲苓胶囊中黄芩苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2006, 26(5): 701.
- [5] 严劲松, 黄朝建, 高申蓉, 等. 高效液相色谱法测定肺炎 I 号合剂中黄芩苷的含量[J]. 中国药房, 2006, 17(3): 214.

(收稿日期: 2007-01-06 修回日期: 2007-04-13)

卫生部副部长陈啸宏出席“健康奥运、健康中国、健康北京”系列公益活动启动仪式

本刊讯 2007年8月3日, 由健康报社主办的“健康奥运、健康中国、健康北京”系列公益活动在北京正式启动。卫生部副部长陈啸宏、国家体育总局社体中心副主任林洁、卫生部新闻发言人毛群安、北京市卫生局副局长赵春惠、奥组委卫生处处长甄小珍及奥运会定点医院负责人等出席了启动仪式。会上, 健康报社与北京 22 所奥运定点医院结为本活动的合作伙伴。

陈啸宏副部长在会上指出, 健康报社的这一活动, 开了个好头。希望卫生系统的同志们从我做起、从本职做起、从现在做起, 以实际行动实践“绿色奥运、科技奥运、人文奥运”的理念。

据介绍, 从 2007 年 8 月 8 日起, 健康报社将携手北京 22 所奥运定点医院, 为门诊和住院患者赠送 26 万份《健康文摘报》, 并开展一系列以宣传“健康奥运、健康中国、健康北京”为主题的活动。包括: 开辟《健康报》奥运专版, 展示医疗卫生系统为奥运的健康保障所付出的努力和医疗卫生工作者的精神风貌; 以多种形式传播运动与健康的相关知识, 搭建全国 600 万医务人员参与奥运的交流平台; 邀请著名心脑血管病专家、急救医学专家、运动医学和营养专家到企事业单位、机关学校开展健康教育; 编辑出版“健康金钥匙”系列科普图书, 为百姓和社区医生提供科学的健康知识等。