

# 麻杏苈龙合剂的质量标准评价

马彦江\*

(河南中医学院第一附属医院, 郑州 450000)

**[摘要]** 目的:建立麻杏苈龙合剂的质量标准。方法:采用 TLC 对麻杏苈龙合剂中麻黄、黄芩、地龙、甘草进行定性鉴别;采用 HPLC 测定麻杏苈龙合剂中黄芩苷含量。结果:TLC 表明专属性强,阴性无干扰;黄芩苷回归方程  $Y = 1.5523 \times 10^6 X + 9.4286$  ( $r = 0.9999$ ),线性范围  $0.1152 \sim 0.8064 \mu\text{g}$ ,平均加样回收率  $98.6\%$  ( $\text{RSD } 1.44\%$ )。结论:建立的方法简便、准确、灵敏度高,可用于有效控制麻杏苈龙合剂的质量。

**[关键词]** 麻杏苈龙合剂;薄层色谱法;高效液相色谱;质量标准

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)11-0069-03

**[doi]** 10.11653/syfy2013110069

## Quality Standard Evaluation of Mxing Qinlong Mixtures

MA Yan-jiang\*

(The First Affiliated Hospital of Henan University of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450000, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish quality standard of Mxing Qinlong mixtures. **Method:** TLC was used to qualitative identification of *Ephedra sinica*, *Scutellaria baicalensis*, *Pheretima aspergillum*, *Glycyrrhiza uralensis* in Mxing Qinlong mixtures; The content of baicalin in Mxing Qinlong mixtures was determined by

**[收稿日期]** 20121203(022)

**[通讯作者]** \*马彦江, 学士, 中药师, 从事中药制剂研究, Tel:15237118286, E-mail:mayjstudy@163.com

靠、重复性好,可用于滋阴明目片的质量控制。

### [参考文献]

- [1] 彭爱国, 宿绍敏. 养血滋阴明目丸治疗老年性白内障的临床观察[J]. 中国民族民间医药杂志, 2010, 19(7):149.
- [2] 李波, 张波涛, 李传课, 等. 滋阴明目丸治疗湿性老年性黄斑变性的临床观察[J]. 中国中医眼科杂志, 2007, 17(6):311.
- [3] 喻京生, 李传课, 彭清华, 等. 滋阴明目丸治疗老年性白内障的临床观察[J]. 河北中医, 2007, 29(4):339.
- [4] 谭峻英. 滋阴明目丸合血塞通片治疗早期老年黄斑变性 22 例[J]. 湖南中医杂志, 2002, 18(3):61.
- [5] 李波, 邝国平, 李传课, 等. 滋阴明目丸治疗肝肾阴虚萎缩型老年性黄斑变性的临床和实验研究[J]. 中国中医眼科杂志, 2001, 11(4):206.
- [6] 张燕, 宋鹏飞. HPLC 法测定清眩糖浆中马钱苷的含量[J]. 解放军药学报, 2012, 28(4):353.
- [7] 朱砂, 梁晋如, 何姣, 等. HPLC 法同时测定不同产地

及不同采收时间山茱萸中三个环烯醚萜苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2012, 32(7):1235.

- [8] 刘朋欣, 刘春丽, 朱岩. HPLC 法测定杞菊地黄口服液 中马钱苷的含量[J]. 黑龙江医药, 2012, 25(1):16.
- [9] 梁晋如, 何姣, 朱砂, 等. 山茱萸中莫诺苷和马钱苷的 药理作用及提取分离方法研究进展[J]. 中国药理通 讯, 2011;29(4):29.
- [10] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北 京:中国医药科技出版社, 2010:26.
- [11] 张乐, 李兴华, 马小亚, 等. 山茱萸纳米软胶囊的制备 及含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17 (20):30.
- [12] 龚卫红, 赵希贤. 双波长高效液相色谱法测定山茱萸 中多种成分的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(14):58.
- [13] 王裴芳, 谢丽, 许宝海, 等. 六味地黄颗粒中马钱苷含 量测定的研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16 (8):52.

[责任编辑 仝燕]

HPLC. **Result:** TLC showed specific, negative non-interference; The regression equation of baicalin was  $Y = 1.5523 \times 10^6 X + 9.4286$  ( $r = 0.9999$ ) with the linear range of 0.1152-0.8064  $\mu\text{g}$ , and the average recovery was 98.6% (RSD 1.44%). **Conclusion:** This method was convenient, accurate with higher sensitivity, it could be used for controlling quality of Maxing Qinlong mixtures.

[**Key words**] Maxing Qinlong mixtures; TLC; HPLC; quality standard

麻杏芩龙合剂是河南中医学院第一附属医院院内制剂,由麻黄、黄芩、地龙、甘草等组成,具有宣肺散寒、清热豁痰、降气平喘之功能,常用于治疗风寒束表、痰热之支气管炎及阻塞性肺气肿。为提高医院制剂质量,保证患者用药安全有效,拟进一步完善该制剂的质量标准,建立了麻黄、黄芩、地龙、甘草等 TLC 鉴别,并采用 HPLC 对方中黄芩的有效成分黄芩苷进行了含量测定。

## 1 材料

2487 系列高效液相色谱仪(美国 Waters), CP225D 型电子分析天平(德国赛多利斯)。

麻黄、地龙、甘草对照药材及黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号依次为 171241-200404, 120987-200405, 120904-200511, 110715-200514),麻杏芩龙合剂(本院制剂室提供,批号分别为 111123, 120213, 120321),薄层板自制(硅胶 G,青岛海洋化工厂),磷酸、甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯,水为重蒸馏水。

## 2 方法与结果

### 2.1 薄层色谱鉴别

**2.1.1 麻黄** 取本品 20 mL,加浓氨试液数滴,调 pH 9。加三氯甲烷加热回流 2 次,每次 1 h,每次 20 mL,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 2 mL 充分振摇,滤过,取滤液,即得供试品溶液。另取盐酸麻黄碱对照品,加甲醇制成  $1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的对照品溶液。按处方量称取不含麻黄的其他药材,照本品工艺及上述方法制成阴性样品溶液。按《中国药典》2010 年版一部附录 VI B 进行试验,吸取上述 3 种溶液各 5  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(20:5:0.5)为展开剂<sup>[1]</sup>,展开,取出,晾干,喷以茚三酮试液,于 105  $^{\circ}\text{C}$  加热至斑点显色清晰。结果供试品溶液色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同颜色的斑点,而阴性样品色谱则无此斑点。

**2.1.2 地龙** 取本品 20 mL,加正丁醇萃取 2 次,每次 20 mL,去水层,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取地龙对照药材 1 g,同法制成对照药材溶液。再按处方取不含地龙的其他药材,照本品工艺及上述方法制成阴性样品溶

液。按《中国药典》2010 年版一部附录 VI B 进行试验,吸取上述 3 种溶液各 5  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:1)为展开剂<sup>[1]</sup>,展开,取出,晾干,喷以茚三酮试液,于 105  $^{\circ}\text{C}$  加热至斑点显色清晰。结果供试品色谱中在与对照品及对照药材色谱相应位置上显相同颜色的斑点,而阴性样品色谱则无此斑点。

**2.1.3 黄芩** 取本品 20 mL,加盐酸调 pH 2~3,加乙酸乙酯提取 2 次,每次 20 mL,每次 30 min。合并乙酸乙酯液,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 2 mL 使溶解,取上清液作为供试品溶液。取黄芩苷对照品,加甲醇制成  $1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的对照品溶液。按处方取不含黄芩的其他药材,照本品工艺及上述方法制成阴性样品溶液。按《中国药典》2010 年版一部附录 VI B 进行试验,吸取供试品溶液、阴性样品溶液各 10  $\mu\text{L}$ ,对照品溶液 5  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5:3:1:1)为展开剂<sup>[2]</sup>,展开,取出,晾干,喷以 1% 三氯化铁乙醇溶液。结果供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点,而阴性样品色谱则无此斑点。

**2.1.4 甘草** 取本品 20 mL,加正丁醇萃取 2 次,每次 20 mL,去水层,合并正丁醇液,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 2 mL 使溶解,作为供试品溶液。取甘草对照药材 1 g,加水 20 mL 煎煮 30 min,滤过,滤液按样品制备方法处理得对照药材溶液。再按处方取不含甘草的其他药材,照本品工艺及上述方法制成阴性样品溶液。按《中国药典》2010 年版一部附录 VI B 进行试验。吸取供试品溶液、甘草对照药材溶液、阴性样品溶液各 10  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-氯仿-甲醇(5:5:1)为展开剂<sup>[3]</sup>,展开,取出,晾干,置紫外灯下于 365 nm 检视。结果供试品色谱中在与对照品色谱相应位置上,显相同颜色的斑点,而阴性样品色谱则无此斑点。

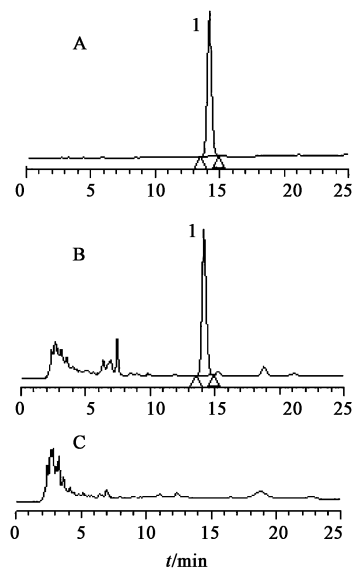
### 2.2 黄芩苷的含量测定

**2.2.1 色谱条件** AgilentTC  $\text{C}_{18}$  色谱柱(4.6 mm  $\times$  150 mm, 5  $\mu\text{m}$ ),流动相甲醇-0.2% 磷酸(45:55),检测波长 277 nm,柱温 30  $^{\circ}\text{C}$ ,流速 1.0 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>,理论塔板数以黄芩苷计不低于 2 500。

**2.2.2 对照品溶液的配制** 取黄芩苷对照品,精密称定 14.4 mg,置 50 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得对照品储备液。取 5 mL 储备液置于 25 mL 量瓶中,加甲醇定容,经 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜滤过,即得。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 取本品 1.0 mL,置于 25 mL 量瓶中,加 75% 乙醇 20 mL,振摇,用 75% 乙醇定容至刻度,摇匀,静置,取上清液 2 mL 至 10 mL 量瓶中,加甲醇定容,摇匀,滤过,取续滤液,用 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜滤过,即得。

**2.2.4 阴性干扰试验** 取不含黄芩药材的阴性样品,再取按上述方法制备阴性样品溶液。按上述色谱条件,吸取对照品溶液、供试品溶液及阴性溶液各 10  $\mu\text{L}$ ,注入液相色谱仪,绘制色谱图(图 1)。



A. 对照品; B. 供试品; C. 缺黄芩阴性样品; 1. 黄芩苷

图 1 麻杏芩龙合剂 HPLC

**2.2.5 线性关系考察** 取对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14  $\mu\text{L}$ ,按上述色谱条件进样,测定峰面积,以对照品进样量为横坐标,峰面积积分为纵坐标,得回归方程  $Y = 1.5523 \times 10^6 X + 9.4286$  ( $r = 0.9999$ ),表明黄芩苷在 0.1152 ~ 0.8064  $\mu\text{g}$  呈良好线性关系。

**2.2.6 精密度试验** 取同一麻杏芩龙合剂供试品溶液,连续进样 6 次,每次 10  $\mu\text{L}$ ,结果黄芩苷峰面积的 RSD 0.3%,表明仪器精密度良好。

**2.2.7 稳定性试验** 取麻杏芩龙合剂供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 8, 12 h 进样 10  $\mu\text{L}$ ,结果黄芩苷含量的 RSD 1.8%,表明供试品溶液至少在 12 h 内稳定。

**2.2.8 重复性试验** 精密量取同一麻杏芩龙合剂样品 6 份,按 2.2.3 项下方法配制供试品溶液,分别进样 10  $\mu\text{L}$ ,结果黄芩苷含量的 RSD 1.6%,表明该方法重复性良好。

**2.2.9 加样回收率试验** 取同一批麻杏芩龙合剂样品 6 份,每份 0.5 mL(含黄芩苷 2.6993 mg),分别加入一定量的黄芩苷对照品,按 2.2.3 项下方法制成供试品溶液,按上述色谱条件测定黄芩苷含量,结果平均加样回收率 98.6%,RSD 1.19%。

**2.2.10 样品测定** 取 3 批样品,按 2.2.3 项下方法制成供试品溶液,分别精密吸取供试品溶液、对照品溶液各 10  $\mu\text{L}$ ,注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定,结果 3 批样品中黄芩苷含量分别为 5.399, 5.208, 5.524  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

### 3 讨论

本实验采用 HPLC 测定黄芩苷含量,预试验曾按《中国药典》2010 年版一部黄芩项下含量测定方法进行测定,结果发现,由于其他成分的干扰,分离效果不佳;参考文献[4-6]并结合试验预试,选用甲醇-0.2% 磷酸(45:55)为流动相,结果目标峰分离度好,同时阴性无干扰。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:113,300.
- [2] 吴德玲,黄顺旺,王林普. 复方蒲芩胶囊质量标准的研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2006,12(6):8.
- [3] 许红玮,郑弘. 通胞消痰合剂的质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(13):66.
- [4] 宋亚芳,毛娜,杨红,等. 高效液相色谱法测定银黄颗粒中黄芩苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(15):99.
- [5] 刘同祥,王慧森. HPLC 法测定复方蒲芩片中黄芩苷的含量[J]. 中国中医药信息杂志,2004,11(3):225.
- [6] 姬生国,王东,付蕾. HPLC 法测定黄芩中黄芩苷的含量[J]. 中国中药杂志,2002,27(2):41.

[责任编辑 全燕]