

抗菌消炎胶囊质量标准研究

高玉琼¹, 张译文², 刘建华^{1*}, 刘文炜¹, 霍昕¹

(1. 贵州省生物技术研究开发基地, 贵阳 550002; 2. 中南大学湘雅药学院, 长沙 410013)

[摘要] 目的: 建立抗菌消炎胶囊质量标准。方法: 采用薄层色谱法对方剂中的百部、大黄进行定性鉴别; 采用高效液相色谱法测定该制剂中黄芩苷含量。结果: TLC 鉴别分离度好, 阴性对照无干扰。黄芩苷与样品中其他组分分离效果较好, $Y = 43\ 887\ 599.5X - 4\ 893.8$, 线性范围 $0.01 \sim 0.16\ \text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ($r = 0.999\ 9$), 平均回收率为 98.56%, RSD 为 1.01% ($n = 6$)。结论: 建立的质量标准, 简便易行, 可用于抗菌消炎胶囊的质量控制。

[关键词] 抗菌消炎胶囊; 百部; 大黄; 黄芩苷; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)14-0090-03

Study on Quality Standard of Kangjun Xiaoyan Capsule

GAO Yu-qiong¹, ZHANG Yi-wen², LIU Jian-hua^{1*}, LIU Wen-wei¹, HUO Xin¹

(1. Guizhou Institute of Biotechnology Research and Development, Guiyang 550002, China;

2. Xiangya School of Medicine Central South University, Changsha 410013, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the quality standard of Kangjun Xiaoyan Capsule. **Method:** The identification of *Radix stemonae* and *Radix et rhizome rhei* were carried out by TLC. The content of baicalin was determined by HPLC. **Result:** The TLC spots were clear and separated well without interference of negative sample. The calibration curve of baicalin was linear in the range of $0.01\text{--}0.16\ \text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, $Y = 43\ 887\ 599.5X - 4\ 893.8$ ($r = 0.999\ 9$). The average recovery was 98.56% with RSD 1.01% ($n = 6$). **Conduision:** The method is simple, rapid and accurate. It can be used for the quality control of Kangjun Xiaoyan Capsule.

[Key words] Kangjun Xiaoyan Capsule; *Radix stemonae*; *Radix et rhizome rhei*; baicalin; TLC; HPLC

抗菌消炎胶囊属复方中药制剂, 清热、泻火、解毒。用于风热感冒, 咽喉肿痛, 实火牙痛, 由金银花、百部、大黄、大青叶、黄芩、知母及金钱草组成, 收载于卫生部药品标准《中药成方制剂》第七册, 原部颁标准无 TLC 鉴别及含量测定指标^[1]。为有效控制该制剂的质量, 我们采用 TLC 对方剂中药材进行研究, 确定了处方中的百部、大黄 TLC 鉴别指标; 选择黄芩中的黄芩苷作为含量检测指标, 建立了 HPLC 测定抗菌消炎胶囊中黄芩苷含量测定方法和 TLC

鉴别方法。实验结果表明, 建立的方法阴性对照无干扰, 方法快捷, 重复性好, 可作为该制剂的质量控制标准。

1 材料

黄芩苷对照品(110721-200211)、百部对照药材(1221-0301)、大黄对照药材(1249-0301)购于中国药品生物制品检定所; 甲醇为色谱纯, 其它试剂均为分析纯; LIBROR AEL-160 型 1/万电子分析天平, TG332A 型 1/10 万分析天平, 岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪, SpD⁻¹0A 型紫外检测器, WML-2006C-4 型威玛龙色谱数据工作站。供试品抗菌消炎胶囊由贵州省科晖制药厂提供。

2 薄层鉴别

2.1 百部 TLC 鉴别^[2] 称取本品及缺百部阴性样品各 2 g, 分别加氨试液 2 mL, 氯仿 20 mL, 超声处理

[收稿日期] 20110223(012)

[第一作者] 高玉琼, 研究员, 博士, 研究方向药学, Tel: 0851-5713626, E-mail: gaoyuqiong388@163.com

[通讯作者] * 刘建华, 研究员, 本科, 研究方向: 生物技术制药, Tel: 0851-5792246, E-mail: liujianhua58@yahoo.com.cn

30 min,取出,滤过,滤液挥干,残渣加2%的盐酸溶液1 mL,搅拌使溶解,上清液置试管中,用浓氨水约0.1 mL调pH 10,加入0.5 mL氯仿,充分振摇,静置分层,氯仿层作为供试品溶液及阴性对照溶液。另取百部对照药材0.1 g,加氨试液0.1 mL,氯仿1 mL,超声处理20 min,取氯仿液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2000年版一部附录VI B)试验,吸取上述2种溶液各2.5~5 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-醋酸乙酯-氯仿(2:8:2)为展开剂,展开,取出,晾干,碘显色。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色斑点。

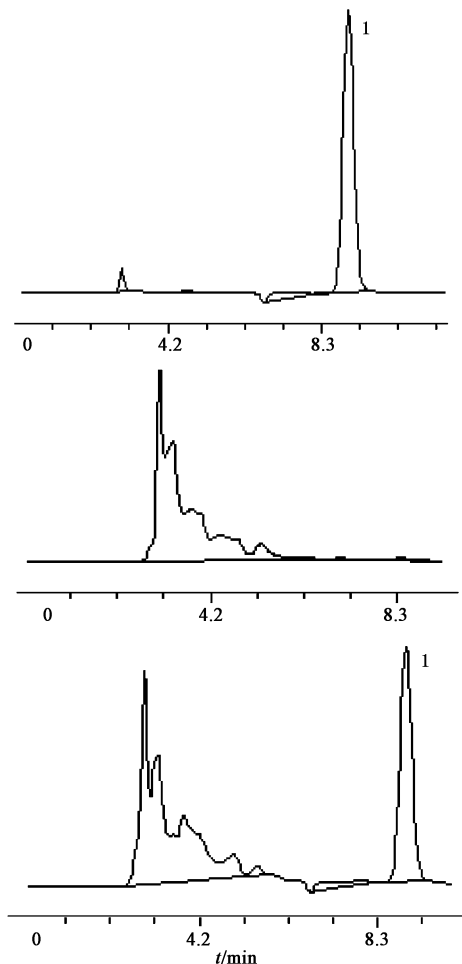
2.2 大黄 TLC 鉴别^[2] 称取本品及缺大黄阴性样品各0.5 g,置具塞试管中,分别加乙醇1 mL,超声处理30 min,取出,搅匀,静置澄清,上清液作为供试品溶液及阴性对照溶液。另取大黄对照药材0.05 g,同法操作。照薄层色谱法(《中国药典》2000年版一部附录VI B)试验,吸取上述2种溶液各5 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-醋酸乙酯-甲酸(8:1:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色荧光斑点。

3 HPLC 测定黄芩苷含量

3.1 色谱条件 依利特 Hypersil ODS₂ 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相水-甲醇-磷酸(53:47:0.2),检测波长280 nm,理论塔板数按黄芩苷峰计算应不低于2 000,进样量10 μL。

3.2 对照品及供试品溶液的制备 精密称取黄芩苷对照品适量,加甲醇制成每1 mL含0.04 mg的溶液,作为对照品溶液。取本品及缺黄芩苷阴性对照样品各0.25 g,精密称定,分别加入70%乙醇25 mL,称定质量,加热回流3 h,放冷,再称定质量,用70%乙醇补足缺失的质量,摇匀,滤过,精密量取滤液2 mL,置10 mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,作为供试品溶液及阴性对照溶液。图谱见图1。

3.3 线性关系考察 精密量取不同浓度的黄芩苷对照品溶液(0.01,0.02,0.04,0.08,0.16 g·L⁻¹)10 μL注入液相色谱仪,按3.1项下色谱条件测定,以黄芩苷峰面积A对黄芩苷浓度C进行线性回归,线性回归方程 $A = 43\ 887\ 599.5 C - 4\ 893.8$ ($r = 0.999\ 9$),试验结果表明,黄芩苷进在0.01~0.16 g·L⁻¹,与峰面积呈良好的线性关系。



A. 对照品; B. 阴性样品; C. 样品; 1. 黄芩苷

图1 黄芩苷 HPLC 图谱

3.4 精密度试验 精密量取黄芩苷对照品溶液,按3.1项下色谱条件重复进样6次,以黄芩苷的峰面积计算,RSD 0.70%,表明仪器精密度良好。

3.5 重复性试验 精密称取同批样品6份,按照3.2项下方法制备供试品溶液,按照3.1项下色谱条件进行测定,以黄芩苷的峰面积计算,RSD 1.11%。表明方法重复性良好。

3.6 稳定性试验 精密量取样品1份,按照3.2项下方法制备供试品溶液,按照3.1项下色谱条件分别于0,2,4,6,8,10 h进行测定,以黄芩苷峰面积计算,RSD为1.73%,结果表明供试品溶液在10 h内稳定。

3.7 加样回收率试验 称取已知含量的同批样品6份,分别精密加入黄芩苷,按照3.2项下方法制备供试品溶液,按照3.1项下色谱条件测定,计算加样回收率,结果表明,加样平均回收率为98.56%,RSD为1.01%。

反相高效液相色谱法测定新疆枸杞叶茶中 芦丁和槲皮素的含量

刘波^{1*}, 张浩科¹, 宫海燕²

(1. 新疆医科大学中医学学院, 乌鲁木齐 830011; 2. 新疆医科大学基础医学院, 乌鲁木齐 830011)

[摘要] 目的: 采用反相高效液相色谱法测定新疆枸杞叶茶中的芦丁和槲皮素的含量。方法: Kromasil C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相甲醇-0.04% 磷酸水溶液(用三乙胺调 pH 3.0)(45:55), 检测波长 360 nm, 流速 1.0 mL·min⁻¹。结果: 芦丁和槲皮素的线性范围分别在 0.23 ~ 1.84 μg 和 0.03 ~ 0.24 μg, 回收率分别为 98.19%, 97.98%。RSD 分别为 1.49%, 2.25%。
结论: 本方法简便、可靠、重现性较好, 为新疆枸杞叶茶的质量控制提供了快速、准确的测定方法。

[关键词] 反相高效液相色谱法; 枸杞叶茶; 芦丁; 槲皮素

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)14-0092-03

Determination of Rutin and Quercetin in Tea of *Lycium barbarum* Leaves by RP-HPLC

LIU Bo^{1*}, ZHANG Hao-ke¹, GONG Hai-yan²

(1. College of Traditional Chinese Medicine, Xinjiang Medical University, Urumqi 830011, China;

2. College of Basic Medicine, Xinjiang Medical University, Urumqi 830011, China)

[Abstract] **Objective:** To determine active constituents quercetin and rutin in tea of *Lycium barbarum* leaves

[收稿日期] 20100911(005)

[通讯作者] * 刘波, 讲师, 硕士, 从事中药药剂研究, Tel: 0991-4362964, E-mail: zhanghk360@sohu.com

3.8 样品含量测定 取抗菌消炎胶囊样品, 按照 3.2 项下方法制备供试品溶液, 照 3.1 项下色谱条件测定。结果 3 批抗菌消炎胶囊含黄芩苷分别为 4.74, 4.65, 4.69 mg/粒。

4 讨论

对本制剂中百部及大黄进行 TLC 鉴别研究, 均与阴性样品为对照。结果表明, 各 TLC 斑点不受样品中其他成分干扰, 专属性强, 重复性好。可作为该制剂定性鉴别指标。我们还对大青叶、知母、金钱草的薄层鉴别进行研究, 结果显示, 阴性有干扰, 有待于进一步研究。

考虑到抗菌消炎胶囊中黄芩为原生药粉加入, 故参考 2005 版《中国药典》中黄芩苷的提取方法^[2]。此外还对多种流动相进行了考察, 根据样品的分离度、保留时间等因素, 确定了黄芩苷 HPLC 的

最佳流动相为水-甲醇-磷酸(53:47:0.2), 通过对以上试验条件的方法学考察, 结果表明, 采用 HPLC 色谱法测定抗菌消炎胶囊中的黄芩苷含量, 方法简便可靠, 分离度高, 重复性好, 可用于该制剂的质量控制。

[参考文献]

- [1] 中药成方制剂[S]. 7:75.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2005:212, 附录 31, 33.
- [3] 徐纪文, 罗素芴. HPLC 法测定黄芩中不同部位的黄芩苷含量[J]. 中国药科大学学报, 2001, 32(3): 235.
- [4] 苏健, 向东, 张斌华, 等. HPLC 测定滇黄芩中黄芩苷的含量[J]. 华西药学杂志, 2005, 20(4): 350.
- [5] 聂继红, 王萍, 孙蕾, 等. 黄芩中黄芩苷提取工艺的研究[J]. 中国药房, 2005, 16(14): 1051.

[责任编辑 蔡仲德]