

HPLC 测定柴胡健肝胶囊中黄芩苷的含量

陈洪喜¹, 周军¹, 王佃荣¹, 尚强²

(1. 连云港市第一人民医院, 江苏 连云港 220000; 2. 江苏康缘药业股份有限公司, 江苏 连云港 222001)

[摘要] 目的: 建立 HPLC 测定柴胡健肝胶囊中黄芩苷含量的方法。方法: 色谱柱为 Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相甲醇-水-冰醋酸 (54 46 0.2), 流速 1.5 mL·min⁻¹, 测定波长 315 nm。结果: 黄芩苷线性范围为 8.072 ~ 48.43 mg·L⁻¹, 平均回收率为 99.54%, RSD 0.88% (n=6)。结论: 本法方便、快速、准确, 可用于柴胡健肝胶囊的质量控制。

[关键词] 柴胡健肝胶囊; 黄芩苷; 高效液相色谱法; 含量测定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)16-0052-03

Determination of Baicalin in Chaihu Jiangan Capsules by HPLC

CHEN Hong-xi¹, ZHOU Jun¹, WANG Dian-rong¹, SHANG Qiang²

(1. The First People's Hospital of Lianyungang City, Lianyungang 220000, China;

2. Jiangsu Kanion Pharmaceutical Co. Ltd, Lianyungang 222001, China)

[Abstract] Objective: To establish an HPLC method for determination of baicalin in Chaihu Jiangan Capsules. **Method:** The chromatogram column was Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), the mobile phase composition was the methanol-water-glacial acetic acid (54 46 0.2) the flow rate was 1.5 mL·min⁻¹, the detection wavelength was at 315 nm. **Result:** The linear range of baicalin was 8.072 ~ 48.43 g·L⁻¹, the average recovery was 99.54% with RSD 0.88% (n=6). **Conclusion:** the method was convenient, quick and accurate. It can be used for quality control of Chaihu Jiangan Capsules.

[Key words] Chaihu Jiangan Capsules; baicalin; HPLC; determination

柴胡健肝胶囊(苏药制字 Z04000086)是我院临床使用多年的医院制剂,由柴胡、黄芩、党参、半夏、五味子等 8 味药组成,具有理气解毒、疏肝降酶之功效,临床主要用于乙型肝炎活动期治疗。为了有效控制该药的质量,我们选择黄芩的有效成分黄芩苷作为检测目标,建立了高效液相色谱法测定柴胡健肝胶囊中黄芩苷含量的方法。实验结果表明,该方法有效排除了其他组分的干扰,方便快捷,重复性好,可作为其质量控制标准。

1 仪器与试剂

Waters 600E 泵, Waters 2996PAD 检测器,

Empower 工作站; 757CRT 紫外分光光度仪(上海精密科学仪器有限公司); AE240 电子天平(mettler, 瑞士)。

柴胡健肝胶囊(连云港市第一人民医院制剂室, 批号 090309, 090403, 090518); 黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所, 含量测定用, 批号 110715-200514); 水为自制重蒸馏水; 甲醇为色谱纯; 其他试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相甲醇-水-冰醋酸 (54 46 0.2), 流速 1.5 mL·min⁻¹, 检测波长 315 nm, 柱温 35 °C, 进样量 10 μL。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取经 60 °C 减压干燥至恒重的黄芩苷对照品 20.18 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加

[收稿日期] 20100408(001)

[第一作者] 陈洪喜, 主管药师, 本科, 研究方向中西药质量控制, 新制剂研发, Tel: 0518-82795917, 18961325917, E-mail: lygchenhongxi@163.com

甲醇适量使其溶解,并稀释至刻度,摇匀,即得(0.403 g·L⁻¹)。

2.2.2 供试品溶液 精密称取柴胡健肝胶囊内容物 1 g,置 100 mL 锥形瓶中,加 60% 甲醇 70 mL,密塞,超声处理(功率 250 W,频率 50 kHz) 30 min,放冷。用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,滤液移至 100 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.3 阴性样品溶液 按处方比例和工艺,制成不含黄芩的阴性样品,按 2.2.2 项下方法制备阴性对照溶液。

2.3 专属性试验 按上述色谱条件,精密吸取对照

品溶液、供试品溶液、阴性样品溶液各 10 μL 测定。结果显示,供试品色谱中,黄芩苷峰与相邻峰分离度大于 1.5,阴性样品色谱在黄芩苷对照品的相应位置上无干扰。结果见图 1~3。

2.4 标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0 mL,分别置 50 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,按上述色谱条件进样测定,记录峰面积。以标准品浓度 *C* 对峰面积 *S* 进行线性回归,得回归方程 $S = 2.87 \times 10^3 C + 1.87 \times 10^3$, $r = 0.9999$ 。结果表明黄芩苷在 8.072 ~ 48.43 mg·L⁻¹,与峰面积有良好的线性关系。

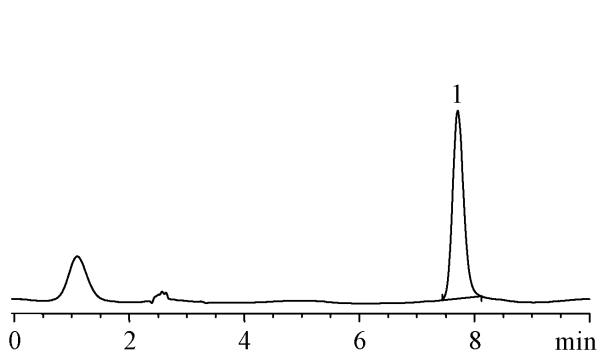


图 1 黄芩苷(1)对照品

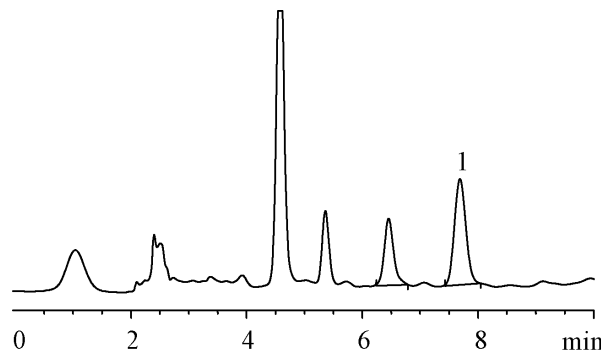


图 2 柴胡健肝胶囊样品(1.黄芩苷)

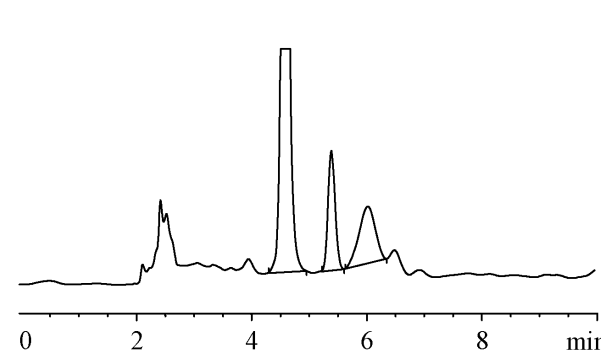


图 3 阴性样品

2.5 精密度试验 精密吸取标准曲线绘制用的对照品溶液 3 号样重复进样 6 次,测定峰面积,考察精密度。计算得 RSD 0.50%,结果表明此条件下精密度良好。

2.6 重复性试验 取同一批号样品(批号 090403),按 2.2.2 项下方法制成 6 份,测得黄芩苷的平均含量为 0.96 mg·g⁻¹,RSD 1.05%。结果表明样品测定重复性良好。

2.7 稳定性试验 取同一份供试品溶液,分别于 0, 2, 4, 6, 8, 12 h 按样品测定项下方法测定,结果表明供试品溶液在 12 h 内稳定,RSD 0.78%。

2.8 加样回收试验 精密称取已知含量的样品(批号 090403),精密加入黄芩苷对照品溶液适量,按 2.2.2 项下配制溶液,按上述色谱条件测定,计算回收率。结果见表 1。

表 1 黄芩苷回收率测定

No.	样品中含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.94	1.08	2.01	99.50	99.54	0.88
2	0.97	1.08	2.06	100.49		
3	0.96	1.08	2.01	98.53		
4	0.96	2.16	3.14	100.64		
5	0.95	2.16	3.09	99.36		
6	0.96	2.16	3.08	98.72		

2.9 样品含量测定 取 3 批样品按 2.2.2 项下方

法配制待测样品,按上述色谱条件分别测定结果为 0.977, 0.960, 0.975 mg·g⁻¹。

3 讨论

在流动相的选择上,参照文献报道^[1-2],针对黄芩苷的出峰时间、与杂质峰的分离效果,经过多次重复试验,最终确定,采用甲醇-水-冰醋酸(54:46:0.2)作为流动相,黄芩苷峰形对称,分离效果较好。

阴性样品色谱图中,与柴胡健肝胶囊供试品溶液色谱图相比较,在 6.017 min 出现一个新的色谱峰。考察其来源,可能与柴胡健肝胶囊处方中减少黄芩一味后,提取过程药物相互作用的变化引起中药复方成分差异所致,我们将在后续研究中进一步考察。

通过本实验,我们建立了 HPLC 测定柴胡健肝胶囊中黄芩苷含量方法,各项研究符合含量测定方法的要求,可有效控制柴胡健肝胶囊质量,进一步保证临床疗效。

[参考文献]

- [1] 任龙海, 吴立成, 陈林, 等. 高效液相色谱法测定妇舒丸中黄芩苷含量[J]. 中国医院药学杂志, 2007, 27(8): 1177.
- [2] 王德满. 高效液相色谱法测定葶苈降血脂颗粒中黄芩苷含量[J]. 中国药师, 2009, 12(9): 1216.

[责任编辑 顾雪竹]

HPLC 测定石韦配方颗粒中绿原酸、咖啡酸及芒果苷的含量

吴怀恩^{1,2}, 劳深¹, 王雯慧¹, 韦韬¹, 黄海燕¹, 林粒梅¹

(1. 广西中医学院药学院, 南宁 530001; 2. 成都中医药大学药学院, 成都 611137)

[摘要] 目的: 建立以高效液相色谱法同时测定石韦配方颗粒中绿原酸、咖啡酸及芒果苷含量的方法。方法: 色谱柱为 Shim-pack VP-ODS 柱(4.6 mm ×250 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-0.1% 磷酸(9:91); 检测波长 0~30 min 为 323 nm, 30.1~45 min 为 258 nm; 流速为 1.0 mL·min⁻¹。结果: 绿原酸在 129.6~302.4 mg·L⁻¹ ($r=0.9998$) 线性关系良好, 平均回收率为 98.15%, RSD 1.69%; 咖啡酸在 13.8~32.2 mg·L⁻¹ ($r=0.9999$) 线性关系良好, 平均回收率为 99.93%, RSD 2.98%; 芒果苷在 151.2~352.8 mg·L⁻¹ ($r=0.9999$) 线性关系良好, 平均回收率为 101.43%, RSD 2.00%。结论: 本法简便、快速、重复性好, 可用于石韦配方颗粒的质量控制。

[关键词] 石韦配方颗粒; 绿原酸; 咖啡酸; 芒果苷; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)16-0054-04

Determination of Chlorogenic Acid, Caffeic Acid and Mangiferin in Shiwei Dispensing Granule by HPLC

WU Huai-en^{1,2}, LAO Shen¹, WANG Wen-hui¹, WEI Tao¹, HUANG Hai-yan¹, LIN Li-mei¹

(1. College of Pharmacy, Guangxi Traditional Chinese Medical University, Nanning 530001, China;
2. College of Pharmacy, Chengdu Traditional Chinese Medical University, Chengdu 611137, China)

[Abstract] Objective: To establish an HPLC method for the simultaneously determination of chlorogenic acid, caffeic acid and mangiferin in Shiwei Dispensing Granule. **Method:** Chlorogenic acid, caffeic acid and mangiferin were separated on Shim-pack VP-ODS (4.6 mm ×250 mm, 5 μm) column and detected at 323 nm (0~30 min) and 258 nm (30.1~45 min), with acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (9:91) as mobile phase. The flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. **Result:** Chlorogenic acid, caffeic acid and mangiferin were linear within the range of 129.6~302.4 mg·L⁻¹ ($r=0.9998$), 13.8~32.2 mg·L⁻¹ ($r=0.9999$) and 151.2~352.8 mg·L⁻¹ ($r=0.9999$) respectively. The average recovery were 98.15% (RSD 1.69%), 99.93% (RSD 2.98%) and 101.43% (RSD 2.00%). **Conclusion:** The method is simple, reproducible, and it can be used for the quality control of Shiwei Dispensing Granule.

[Key words] Shiwei Dispensing Granule; chlorogenic acid; caffeic acid; mangiferin; HPLC

石韦为水龙骨科植物庐山石韦 *Pyrosia shearerii* (Bak.) Ching, 石韦 *P. lingua* (Thunb.) Farwell 或有柄石韦 *P. petiolosa* (Christ) Ching 的干燥叶, 味甘、苦, 性微寒, 具有利尿通淋、清热止血之功效, 中医临床多用于治疗热淋、血淋、石淋、小便不通、淋漓涩痛, 吐血、衄血、

尿血、崩漏、肺热喘咳等症^[1]。石韦配方颗粒是石韦饮片经水提、浓缩、干燥、制粒等工序制成的单味中药配方颗粒剂, 其性味、归经、功效、成分与原中药饮片基本一致^[2]。石韦药材含有多种活性成分^[3-8], 其中绿原酸、咖啡酸具有抗菌消炎、抗氧化作用; 芒果苷具有抗菌、抗单纯疱疹病毒作用。《中国药典》2005 年版一部仅收载石韦药材中绿原酸的测定方法^[1]。目前, 测定中药材及其制剂中咖啡酸、芒果苷的含量多采用高效液相色谱法^[9-11]。笔者采用高效液相色谱法同时测定石韦配

[收稿日期] 20100613(002)

[第一作者] 吴怀恩, 副教授, 博士研究生, 主要研究方向中药药效物质基础与质量标准化研究, Tel: 0771-3137585, E-mail: wuhe0001@yahoo.com.cn