

# RP-HPLC 法同时测定蓝芩口服液中栀子苷 和黄芩苷的含量

路 玫<sup>1\*</sup>, 谢 东<sup>2</sup>, 冼银丽<sup>3</sup>

(1. 广西壮族自治区人民医院, 广西 南宁 530021; 2. 广西壮族自治区食品药品检验所,  
广西 南宁 530021; 3. 桂林医学院, 广西 桂林 541004)

[摘要] 目的: 建立同时测定蓝芩口服液中栀子苷和黄芩苷含量的方法。方法: 采用反相高效液相色谱法。以 NovaPak C<sub>18</sub> (3.9 mm × 150 mm, 4 μm) 为分析柱, 甲醇-0.1% 三氟乙酸水溶液 (25: 75) 为流动相, 检测波长为 280 nm, 柱温为 40 °C, 以外标法定量。结果: 样品中栀子苷和黄芩苷的平均回收率分别为 100.8% 和 101.2%, RSD 分别为 1.6% 和 2.0% (n=9); 栀子苷和黄芩苷分别在 0.50~2.5 μg (r=0.9999) 和 0.21~1.26 μg (r=0.9994) 范围内, 峰面积与进样量呈良好线性关系。结论: 本方法操作简便, 结果可靠, 准确性、重复性好, 可作为蓝芩口服液的质量控制标准。

[关键词] 反相高效液相色谱法; 蓝芩口服液; 栀子苷; 黄芩苷

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)09-0007-03

## RP-HPLC Simultaneous Determination of Geniposide and Baicalin in Lanqin Oral Solution

LU Mei<sup>1\*</sup>, XIE Dong<sup>2</sup>, XIAN Yin-li<sup>3</sup>

(1. The People's Hospital of Guangxi Zhuang Autonomous Region; Nanning 530021, China;  
2. Guangxi Institute for Food and Drug Control, Nanning 530021, China;  
3. Guilin Medical College, Guilin 541004, China)

[Abstract] **Objective:** To develop an HPLC method for the determination of geniposide and baicalin in Lanqin oral solution. **Methods:** Analysis was carried out at 40 °C on a NovaPak C<sub>18</sub> column (3.9 mm × 150 mm, 4 μm) with methanol - 0.1% TFA (25: 75) as the mobile phase, detecting at 280 nm. The results were calculated with the external standard method. **Results:** The average recovery was 100.8%, RSD= 1.6% (n=9) for geniposide, the linear range was 0.50~2.5 μg, r= 0.9999 and the average recovery was 101.2%, RSD= 2.0% (n=9) for baicalin, the linear range was 0.21~1.26 μg, r= 0.9994. **Conclusion:** It can be used for the quality control of Lanqin oral solution.

[Key words] RP-HPLC; Lanqin oral solution; geniposide; baicalin

蓝芩口服液主要由板蓝根、黄芩、栀子、胖大海、黄柏等组成, 具有清热解毒, 利咽消肿的功效。方中黄芩的主要成分为黄芩苷, 栀子的主要成分为栀子苷。目前国内已有用 HPLC 法分别测定药物中栀子

苷、黄芩苷含量的报道<sup>[1]</sup>, 但使用 RP-HPLC 同时测定黄芩苷和栀子苷的含量未见报道。为了更好地控制产品的质量, 本文建立 RP-HPLC 法同时测定蓝芩口服液中黄芩苷和栀子苷的含量, 该法简便、快速, 灵敏度高, 准确性好, 可作为蓝芩口服液的质量控制标准。

### 1 仪器与试剂

Waters600 型高效液相色谱仪, 996 二极管阵列

[收稿日期] 2008-02-25

[通讯作者] \* 路 玫, Tel: (0771) 2186165; Email: lumei951219

@ 163.com

检测器, Millennium<sup>32</sup> 色谱管理系统。

梔子苷(0749-2001108)、黄芩苷(110715-200212)对照品均由中国药品生物制品检定所提供。蓝芩口服液江苏扬子江制药有限公司生产(批号:07103001、07050302、07051601、07070802、07101101、07071201)。甲醇为 HPLC 级,三氟乙酸为色谱纯,水为重蒸水。

## 2 色谱条件

色谱柱: Nova-Pak C<sub>18</sub> 柱(3.9 mm × 150 mm, 4 μm), 流动相为甲醇-0.1% 三氟乙酸水溶液(25: 75); 检测波长为 280 nm, 柱温 40 °C, 流速 0.7 mL·min<sup>-1</sup>。

## 3 方法与结果

**3.1 系统适应性试验** 取供试品溶液 10 μL, 注入高效液相色谱仪测试, 梔子苷和黄芩苷的保留时间分别约为 7.0 min 和 16.5 min。理论塔板数以黄芩苷计不低于 3 000, 梔子苷色谱峰与相邻未知色谱峰的分度不低于 1.5, 黄芩苷色谱峰与相邻未知色谱峰的分度不低于 1.6。

**3.2 对照品溶液的制备** 精密称取干燥至恒重的梔子苷对照品 12.52 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得浓度为 0.500 8 mg·mL<sup>-1</sup> 的梔子苷对照储备液 I。另精密称取干燥至恒重黄芩苷对照品 10.54 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得浓度为 0.421 6 mg·mL<sup>-1</sup> 的黄芩苷对照储备液 II。

**3.3 供试品溶液的制备** 精密吸取蓝芩口服液 1.0 mL, 置于 25 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 以 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 弃去初滤液, 取续滤液为供试品溶液。

**3.4 阴性样品溶液的制备** 按处方制备不含梔子、

黄芩药材的阴性制剂, 依 3.2.2 项下操作, 制成阴性样品溶液。

**3.5 标准曲线的测定** 分别精密吸取梔子苷对照储备液 I 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL, 黄芩苷对照储备液 II 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 3.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 制得标准曲线溶液系列, 取 10 μL 进样, 测定。以对照品的进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标作图, 结果经回归分析, 梔子苷在(0.50~2.5) μg 范围内有良好的线性关系, 回归方程为  $Y = 2.18 \times 10^6 X - 1.35 \times 10^5$ , ( $r = 0.9999$ ); 黄芩苷在(0.21~1.26) μg 范围内有良好的线性关系, 回归方程为  $Y = 4.51 \times 10^6 X - 3.23 \times 10^4$ , ( $r = 0.9994$ )。

**3.6 空白干扰试验** 取阴性样品溶液、样品溶液和对照品溶液在上述色谱条件下各进样 10 μL, 得 HPLC 图谱, 结果见图 1。由图 1 可知, 阴性样品溶液对样品溶液含量测定无干扰。

**3.7 精密度试验** 分别精密吸取梔子苷对照品储备液 I 2.0 mL、黄芩苷对照储备液 II 1.0 mL 于 10 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 制得混合标样, 取 10 μL 进样, 连续 6 次, 以峰面积计算 RSD, 结果梔子苷 RSD= 1.02%, 黄芩苷 RSD= 1.58%。

**3.8 重复性试验** 取同一批号样品(批号: 07071201) 6 份, 分别制成供试品溶液, 按含量测定法测定, 结果梔子苷平均含量为 3.96 mg·mL<sup>-1</sup>, RSD= 1.85%, 黄芩苷平均含量为 1.78 mg·mL<sup>-1</sup>, RSD= 2.45%。

**3.9 稳定性试验** 精密吸取新配制的供试品溶液(批号: 07071201), 按样品含量测定法每隔 1 h 取 10 μL 进样测定, 共测定 6 次, 结果梔子苷 RSD= 1.08%, 黄芩苷 RSD= 1.32%。表明样品溶液在 5 h 内保持稳定。

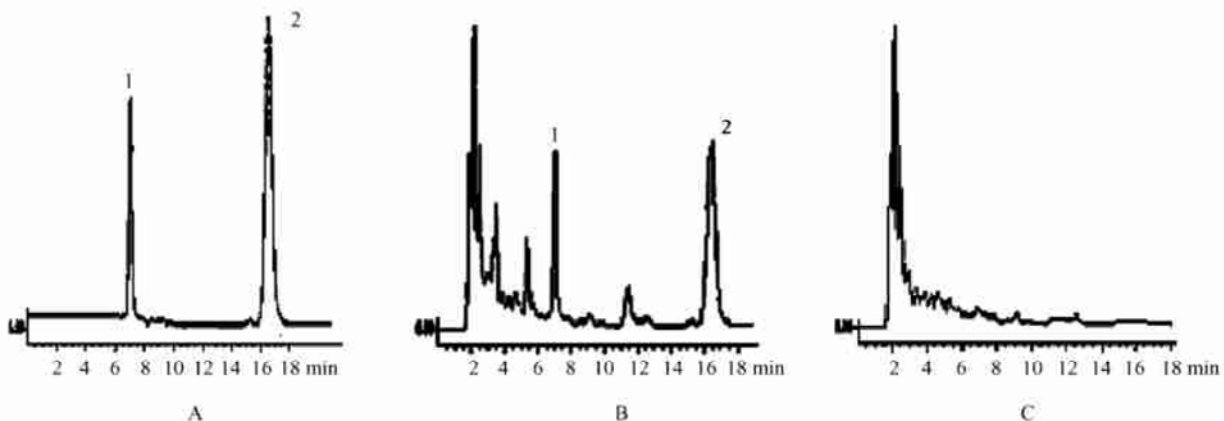


图 1 HPLC 色谱图

A. 对照品 B. 样品 C. 缺梔子、黄芩的阴性样品 1. 梔子苷 2. 黄芩苷

**3.10 加样回收率试验** 分别精密吸取蓝芩口服液(批号:07071201) 0.5mL 共 9 份, 3 份 1 组, 各组分别加入栀子苷对照品储备液 I 3.0, 4.0, 5.0 mL; 黄芩苷对照品储备液 II 1.8, 2.1, 2.5 mL, 各置于 10 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 以 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤, 弃去初滤液, 取续滤液进样 10  $\mu\text{L}$ , 测定栀子苷及黄芩苷的峰面积, 计算各自的加样回收率, 结果栀子苷和黄芩苷的平均回收率分别为 100.8% 和 101.2%, RSD 分别为 1.6% 和 2.0% ( $n=9$ )。

**3.11 样品含量测定** 分别精密吸取 3.5 项下制得的混合标样及 6 个批号的供试品溶液, 各进样 10  $\mu\text{L}$  测定, 每个批号平行 3 份, 以外标法计算供试品的含量, 结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果( $n=6$ )

批号	栀子苷 ( $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	RSD (%)	黄芩苷 ( $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	RSD (%)
07103001	5.04	1.66	1.65	1.25
07050302	4.68	1.39	1.92	0.87
07051601	3.16	0.98	2.08	1.45
07070802	4.80	1.29	1.54	1.12
07101101	3.43	1.05	2.33	1.88
07071201	3.96	1.85	1.78	2.45

## 4 讨论

试验中曾比较了乙腈-水系统、甲醇-磷酸盐流动相系统, 结果显示前者栀子苷出峰处有杂质峰干扰, 后者栀子苷峰形较差, 而且磷酸盐对色谱柱的损害较大, 以甲醇-0.1% 三氟乙酸水溶液(25:75) 为流动相, 可使栀子苷、黄芩苷色谱峰免除杂质峰的干扰, 峰形好, 专一性强。

栀子苷与黄芩苷的最大吸收波长为 238 nm 和 280 nm<sup>[2]</sup>, 因样品中黄芩含量较少, 为了提高对黄芩苷的检测灵敏度, 本实验选择 280 nm 为检测波长。

本文建立的反相高效液相色谱法, 可以同时测定蓝芩口服液中栀子苷和黄芩苷的含量, 操作简便、快速, 重复性、稳定性好, 结果准确可靠, 可作为蓝芩口服液质量控制的标准。

## [参考文献]

- [1] 黄淑萍, 李雪兰, 陈铁山. HPLC 法测定蓝芩口服液中栀子苷的含量[J]. 中国药事, 2005, 19(11): 667.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005. 173, 211.