

# 双黄消炎胶囊质量标准的研究

田 军\*, 贺 飞, 李刘辉  
(安徽省药物研究所, 安徽 合肥 230022)

[摘要] 目的: 建立双黄消炎胶囊质量标准。方法: 采用薄层色谱法对方中黄芩进行定性鉴别; 采用高效液相色谱法测定小檗碱的含量。结果: 小檗碱的线性范围为 0.05  $\mu\text{g}$ ~ 1.6  $\mu\text{g}$  ( $r = 0.9999$ ,  $n = 5$ )。平均回收率为 100.2%。结论: 该法可行, 重复性好, 可作为该产品质量控制方法。

[关键词] 双黄消炎胶囊; 盐酸小檗碱; 高效液相色谱法

[中图分类号] F284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)02-0012-02

## Studies on Qualitative and Quantitative Methods of Shuanghuang Xiaoyan Capsule

TIAN Jun\*, HE Fei, LI Liu-hui  
(Anhui Institute of Materia Medica, Hefei 230022, China)

[Abstract] **Objective:** To set up the qualitative and quantitative methods for Shuanghuang Xiaoyan Capsule. **Methods:** Radix Scutellariae were identified by TLC method. The content of berberine in Shuanghuang Xiaoyan Capsule was determined by HPLC. **Results:** The linear range of Berberine was 0.05  $\mu\text{g}$ ~ 1.6  $\mu\text{g}$ ,  $r = 0.9999$ . The average recovery was 100.2%. **Conclusion:** The method is convenient, accurate and practicable. It can be used as the methods for controlling the quality of Shuanghuang Xiaoyan Capsule.

[Key words] Shuanghuang Xiaoyan Capsule; berberine; HPLC

双黄消炎胶囊由三颗针、黄芩组成。用于治疗咽喉痛、腹泻、痢疾、慢性痢疾等疾病。为有效地控制产品质量, 根据方中成分, 选择其主药三颗针中盐酸小檗碱作为含量控制的指标, 采用高效液相色谱法测定制剂中的盐酸小檗碱, 采用薄层色谱法对方中黄芩进行定性鉴别, 可作为该制剂的内在质量控制方法。

### 1 仪器与试剂

LC-10AT 高效液相色谱仪, SPD 紫外检测器(日本岛津), N-2000 色谱工作站(浙江大学智能工程研究所) 超声提取器(AS3120B)。

盐酸小檗碱对照品(批号 0713-200107), 黄芩苷

对照品(批号: 0110715-200212), 均购于中国药品生物制品检定所。

乙腈、甲醇为色谱纯; 水为亚沸重蒸水; 所用其它试剂均为分析纯。双黄消炎胶囊, 自制, 批号: 041203, 041206, 041209。

### 2 双黄消炎胶囊中黄芩的薄层色谱鉴别

取胶囊 3 粒内容物, 研细, 加甲醇 10 mL, 超声提取 20 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取供试品溶液及对照品溶液各 2  $\mu\text{L}$ , 分别点于同一含 4% 醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5: 3: 3: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 2% 三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中, 在与对照品相应的位置上, 显一相同的暗绿色斑点。

[收稿日期] 2006-04-14

[通讯作者] \* 田军, Tel: (0551) 3641694; E-mail: tianjun222@hotmail.com

### 3 盐酸小檗碱的含量测定

**3.1 色谱条件**<sup>[2]</sup> 色谱柱 Shim-pack C18 VP-ODS 分析柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm) 流动相: 乙腈-水-三乙胺(28: 72: 1); 检测波长: 345 nm; 流速: 1 mL/min; 进样量 10 μL。在

上述色谱条件下盐酸小檗碱与其他成分分离良好, 且空白溶液无干扰。

**3.2 对照品溶液的制备** 取盐酸小檗碱对照品适量, 精密称定, 置量瓶中, 加甲醇制成每 1 mL 含盐酸小檗碱 30 μg 的溶液, 摇匀, 即得。

**3.3 供试品溶液的制备**<sup>[2]</sup> 取 10 粒胶囊的内容物, 研细, 取粉末约 0.2 g, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加盐酸-甲醇(1: 100) 约 40 mL, 超声处理(功率 300 W, 频率 25 kHz) 30 min, 放冷, 加盐酸-甲醇(1: 100) 至刻度, 摇匀, 微孔滤膜(0.45 μm) 滤过, 取续滤液, 即得。

**3.4 空白溶液的制备** 按处方组成, 取除三棵针外的其余药材, 按制备工艺要求制成不含三棵针的空白对照样品, 按供试品溶液的制备方法制备空白溶液, 分别吸取空白溶液与供试品溶液 10 μL 注入液相色谱仪, 结果表明, 空白溶液与供试品比较, 相应位置未出峰, 认为无干扰。

**3.5 线性关系考察** 精密称量盐酸小檗碱对照品 2.0 mg 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。分别精密吸取对照品溶液 0.25、0.5、1、2、4、8 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取上述各溶液 10 μL, 按上述色谱条件注入液相色谱仪, 记录峰面积, 以峰面积积分值(A)为纵坐标, 盐酸小檗碱进样量(C)为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程  $A = 4.211 \times 10^5 C + 6.465 \times 10^3$ ,  $r = 0.9999$  表明盐酸小檗碱在 0.05 μg~ 1.6 μg 范围内呈良好的线性关系。

**3.6 精密度试验** 精密吸取对照品溶液 10 μL, 连续进样 5 次, 峰面积 RSD 值为 0.40%。

**3.7 重复性试验** 按上述供试品溶液制备方法, 称取同批号样品(批号 041203) 5 份, 分别进行测定。得盐酸小檗碱的平均含量为 2.60 mg/粒, RSD 为 1.3%。

**3.8 供试品稳定性试验** 取同一供试品溶液(批号 041203), 分别于配制后 0, 2, 4, 8 h 依法测定, 峰面积 RSD 为 0.47%, 表明供试品溶液在 8 h 内基本稳定。

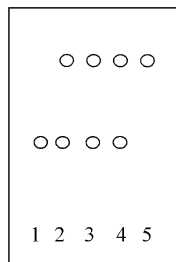


图1 黄芩的薄层色谱图

1. 黄芩苷对照品;  
2, 3, 4. 为 3 批样品;  
5. 缺黄芩空白

**3.9 回收率试验** 采取加样回收法(按 1: 1 加入), 精密称取已知含量的同一批号样品(041203) 0.1 g 共 5 份, 分别精密加入浓度为 0.8 mg/mL 的盐酸小檗碱对照品溶液 1 mL, 水浴蒸干, 混合均匀, 按 2.3 项下方法制备供试品溶液, 精密吸取 10 μL, 注入液相色谱仪, 同法测定。计算平均回收率为 100.2%, RSD 为 0.68% ( $n = 5$ ), 结果见表 1。

表1 盐酸小檗碱回收率试验结果

取样量 (g)	样品中含量 (mg)	加入量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.1005	1.669	0.8000	1.664	99.7		
0.1012	1.660	0.8000	1.683	101.4		
0.1019	1.680	0.8000	1.676	99.7	100.2	0.68
0.0992	1.654	0.8000	1.655	100.1		
0.0989	1.652	0.8000	1.652	100.0		

**3.10 样品测定结果** 取 3 个批号(041203, 041206, 041209) 的样品, 每个批号 3 个样本, 按上述供试品溶液制备项下方法制备供试品溶液, 另取小檗碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 中含小檗碱 0.03 mg 的溶液, 摇匀。分别精密量取供试品溶液和对照品溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 计算含量。结果 3 个批号样品的盐酸小檗碱平均含量分别是 2.60, 2.15, 2.28 mg/粒。

### 4 讨论

供试品溶液制备中<sup>[3,4]</sup>, 采用了盐酸-甲醇超声 30 min, 盐酸-甲醇回流 1 h, 甲醇超声 30 min, 稀乙醇超声 30 min 等多种方法, 测定结果表明以盐酸-甲醇超声 30 min 提取效果最好。

对方中另一成分黄芩进行了 TLC 定性分析, 同时定量测定了盐酸小檗碱的含量, 精密度高, 重复性好, 结果准确, 专属性强, 能有效控制该制剂的内在质量。

### [参考文献]

[1] 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. 附录 31.

[2] 贺子华. 盐酸小檗碱片质量分析方法比较[J]. 安徽医药, 2003, 7(6): 461-462.

[3] 邓开英. HPLC 法测定葛根苓连胶囊中盐酸小檗碱的含量[J]. 中成药, 2003, 25(4): 341-342.

[4] 邸多隆, 刘晔伟, 马志刚. HPLC 法测定甘肃产小檗属植物不同部位的生物碱[J]. 中国中药杂志, 2003, 28(12): 1132-1133.