

# 高效毛细管电泳法测定消炎抗菌片中黄芩苷含量

汪 洋<sup>1,2</sup>, 潘细贵<sup>1,2\*</sup>, 阮晓琪<sup>2</sup>, 张 洪<sup>1</sup>

(1. 武汉大学人民医院药学部, 湖北 武汉 430060; 2. 武汉大学药学院, 湖北 武汉 430072)

[摘要] 目的: 建立高效毛细管电泳法测定中成药消炎抗菌片中黄芩苷的含量。方法: 定量采用内标法, 选取苯甲酸钠为内标物。所用毛细管规格为 60 cm × 75 μm (有效长度为 45 cm), 检测波长为 215 nm, 电压为 21 kV, 电解缓冲液为 10 mmol·L<sup>-1</sup> 硼砂, pH 为 9.0。结果: 黄芩苷在 96~768 μg·mL<sup>-1</sup> 范围内线性关系良好, ( $r = 0.9997$ ), 加样回收率为 98.8%, RSD 为 1.6%。结论: 高效毛细管电泳法用于测定消炎抗菌片中黄芩苷的含量是可行的, 本方法简便、快速、准确、重复性好。

[关键词] 高效毛细管电泳法; 消炎抗菌片; 黄芩苷

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)01-0008-02

## Determination of the Content of Baicalin in Xiaoyankangjun Tablets by HPCE

WANG Yang<sup>1,2</sup>, PAN Xin-gui<sup>1,2\*</sup>, RUAN Xiao-qi<sup>2</sup>, ZHANG Hong<sup>1</sup>

(1. Department of Pharmacy of Renmin Hospital, Wuhan University, Wuhan 430060, China;

2. School of Pharmacy, Wuhan University, Wuhan 430072, China)

[Abstract] **Objective:** To develop a HPCE method for determining the content of baicalin in Xiaoyankangjun Tablets. **Methods:** Internal standard method was selected as quantitative method and sodium benzoate was used as internal standard. The separation was performed on a fused-silica capillary (60 cm × 75 μm, effective length 45 cm). The detection wavelength was 215 nm and the applied voltage was 21 kV. 10 mmol·L<sup>-1</sup> borate (pH 9.0) was used as running buffer; **Results:** The linear range of the baicalin was 96~768 μg·mL<sup>-1</sup> ( $r = 0.9997$ ) and the recovery was 98.8% (RSD = 1.6%). **Conclusions:** HPCE is a practicable method in the determination the concentration of baicalin in the Xiaoyankangjun Tablets.

[Key words] High Performance Capillary Electrophoresis (HPCE); Xiaoyankangjun Tablets; Baicalin

消炎抗菌片是根据中医临床验方开发研制而成的中药复方制剂, 由石榴皮、地榆和黄芩 3 味药材组成<sup>[1]</sup>, 该制剂具有清热解毒、涩肠止痢的作用。临床上主要作为治疗菌痢, 效果显著。黄芩苷是消炎抗菌片的主要成分, 它不仅有抗炎抗变态反应作用, 而且有抗菌作用<sup>[2]</sup>。目前本制剂已有用 RP-HPLC 测定黄芩苷的报道<sup>[3]</sup>, 本文采用高效毛细管电泳法, 以苯甲酸钠为内标, 测定消炎抗菌片中黄芩苷的含量。该方法快捷、灵敏、准确, 适用于该制剂的快速含量分析。

### 1 材料与仪器

**1.1 仪器** CAPEL105 毛细管电泳仪 (俄罗斯 Lemex 公司); 毛细管 60 cm (有效长度 45 cm) × 75 μm (俄罗斯 Lemex 公司)。

**1.2 试剂** 黄芩苷对照品 (中国药品生物制品检定所), 苯甲酸钠 (分析纯, 北京化工厂), 甲醇 (分析醇, 武汉化学试剂厂), 硼砂 (分析纯, 武汉化学试剂厂), 双蒸水 (武汉大学人民医院药学部), 消炎抗菌片 (武汉大学人民医院药学部)。

### 2 溶液的制备

**2.1 对照品液的制备** 精密称取黄芩苷对照品 24 mg 于 25 mL 量瓶中, 加入 50% 甲醇水溶液溶解, 超

[收稿日期] 2006-06-05

[通讯作者] \* 潘细贵, Tel: (027) 61387844

声 5 min, 稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

**2.2 内标液的制备** 称取苯甲酸钠对照品 13.7 mg, 用 50% 甲醇溶解并稀释至 25 mL, 摇匀, 作为内标溶液。

### 3 方法与结果

**3.1 电泳条件** 所用毛细管规格为 60 cm(有效长度为 45 cm) × 75 μm, 检测波长为 215 nm, 电压为 21 kV, 电解缓冲液为 10 mmol·L<sup>-1</sup> 硼砂, pH 为 9.0, 柱温为 20 °C。

**3.2 标准曲线的制备** 精密吸取黄芩苷对照品溶液 0.1 0.2 0.4 0.6 0.8 mL 于 1 mL 量瓶中, 各加入苯甲酸钠内标液 0.2 mL, 用 50% 甲醇定容至刻度, 摇匀, 分别进样测定峰面积, 以黄芩苷对照品峰面积与内标的比值对其质量浓度(μg·mL<sup>-1</sup>)作图, 其线性回归方程为  $Y = -0.0524 + 0.00589X$  ( $r = 0.9997$ ), 线性范围为 96~768 μg·mL<sup>-1</sup>。

**3.3 阴性对照液的制备** 按处方除去黄芩后照制备工艺制备阴性消炎抗菌片, 然后按样品溶液的制备方法处理, 即得。

**3.4 分离的可行性考察** 在消炎抗菌片测定中, 黄芩苷与周围组分分离良好, 无干扰组分的存在。

**3.5 精密度试验** 取对照品贮备液 0.4 mL 置于 1 mL 量瓶中, 加入苯甲酸钠贮备液 0.2 mL, 用 50% 甲醇定容至刻度, 摇匀。进样测得峰面积。重复进样 6 次。计算对照品与内标的峰面积比的 RSD 为 1.3%。

**3.6 稳定性实验** 取样品液分别在 0, 0.5, 1, 2, 4, 8 h 进样测得峰面积。计算样品与内标的峰面积比的 RSD 为 1.4%。

**3.7 回收率试验** 取已知含量的消炎抗菌片(批号 041011)样品适量(约相当于黄芩苷约 2.5 mg), 准确加入一定量黄芩苷对照品, 按 3.8 项下依法测定, 结果见表 1。

表 1 黄芩苷回收率实验(n=6)

取样量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
2.34	2.40	4.70	98.3		
2.41	2.40	4.83	100.8		
2.38	2.40	4.72	97.5	98.8	1.6
2.52	2.40	4.90	99.2		
2.30	2.40	4.62	96.7		
2.44	2.40	4.85	100.4		

**3.8 重复性实验** 取消炎抗菌片(批号 041011), 按本文方法处理, 平行 6 份, 测得黄芩苷含量的 RSD 为 1.5%。表明本法重复性良好。

**3.9 样品中黄芩苷的含量测定** 取消炎抗菌片 20 片, 刮去包衣层, 研细, 混匀, 精密称取适量(约相当于黄芩苷约 5 mg)置于锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 15 mL, 精密称定, 超声处理 30 min, 放冷, 精密称定, 补足重量, 摇匀, 过滤, 取续滤液再经 0.45 μm 微孔滤膜滤过后, 精密量取续滤液 2.0 mL 于 5 mL 量瓶中, 加入苯甲酸钠内标液 1 mL, 用 50% 甲醇定容至刻度, 摇匀, 作为样品溶液。进样测定按内标法计算样品含量, 结果见表 2。

表 2 样品中黄芩苷的含量

批号	每片含量(mg/片)	RSD (%)
041010	9.38	1.8
040901	8.05	2.0
050305	8.36	1.7
050401	9.49	0.9

### 4 讨论

**4.1 测量波长的选择** 本实验前对黄芩苷进行了 200~600 nm 紫外吸收扫描, 发现在 205, 215, 245, 278, 314 nm 处均有最大吸收峰。同时对苯甲酸钠也进行了紫外吸收扫描, 发现在 215 nm 和 270 nm 处有最大吸收峰, 且在 215 nm 处的摩尔吸收值大于 270 nm 的摩尔吸收值, 故测量波长选在 215 nm。

**4.2 内标物的选择** 为消除进样不准确等因素所引起的毛细管电泳定量分析误差, 采用内标定量法。实验中对苯甲酸、苯甲酸钠进行了考察, 结果发现测定消炎抗菌片使用苯甲酸钠较好, 其出峰时间与样品的出峰时间没有干扰, 峰形较好, 且整个电泳时间短。

**4.3 背景电解质的选择** 实验中先后采用了硼砂缓冲液、磷酸盐缓冲液、乙酸盐缓冲液作为电解缓冲液, 结果表明硼砂的分离效果较好, 并通过实验确定了最佳浓度为 10 mmol·L<sup>-1</sup>。

**4.4 提取方法的选择** 实验中先后采取了双蒸馏水 30% 甲醇、50% 甲醇、70% 甲醇、100% 甲醇对消炎抗菌片样品进行了超声提取实验。结果表明, 样品采用 50% 甲醇超声提取基本完全, 且与杂质峰分离度较好。

### [参考文献]

[1] 杨克钊, 何光明, 蔡鸿生. 医院制剂与检验[M]. 武汉: 湖北科学技术出版社, 1995. 308-309.  
[2] 季宇彬. 中药有效成分药理与应用[M]. 哈尔滨: 黑龙江科学技术出版社, 1995. 203.  
[3] 徐明霞, 宋金春. RP-HPLC 法测定消炎抗菌片中黄芩苷含量[J]. 中国药师, 2005, 8(5): 382-383.