

# HLPC 法测定清解颗粒中黄芩苷的含量

张炳盛<sup>1</sup>, 王鹏义<sup>2</sup>, 王瑞芬<sup>3</sup>

(1 山东中医药高等专科学校, 山东 莱阳 265200; 2 内蒙古伊泰医药科技开发公司, 内蒙古 赤峰 024000;  
3 莱阳市药品监督管理局, 山东 莱阳 265200)

**摘要:** 目的: 测定清解颗粒中黄芩苷的含量。方法: 采用高效液相法对制剂中黄芩苷进行定量测定。结果: 黄芩苷在 0.126~0.948 $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系,  $r=0.99993$ , 平均回收率为 96.39%, RSD=1.66%。结论: 方法简便, 准确, 重复性好, 精密度高, 可作为该制剂中黄芩苷的质量控制方法。

**关键词:** 清解颗粒; 黄芩苷; HPLC

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2005)06-0022-03

## Determination of Baicalin in Qingjie Granules by HPLC

ZHANG Bing-sheng<sup>1</sup>, WANG Peng-yi<sup>2</sup>, WANG Rui-fen<sup>3</sup>

(1 Shandong College of Traditional Chinese Medicine, Laiyang 265200, China;

2 Inner Mongolia YiTai Pharm. R&D Co. Ltd, Chifeng 024000, China;

3 Laiyang Food and Drug Administration, Laiyang 265200, China)

**Abstract:** AIM: To determine the Baicalin in Qingjie Granules. METHODS: Baicalin were determined by HPLC. RESULTS: Baicalin showed a good linear relationship at a range of 0.126~0.948 $\mu$ g,  $r=0.99993$ . The average recovery was 96.39%, and RSD=1.66%. CONCLUSION: The method is simple, accurate and with good repeating and high precision, and can be used for quality control of Qingjie Granules.

**Key words:** Qingjie Granules; Baicalin; HPLC

清解颗粒由黄芩、大黄、苦杏仁等药物制成, 具有宣肺通腑, 化痰祛瘀, 清热解毒之功。用于下呼吸道感染, 风肺热病, 痰热壅肺证者。黄芩为本方主药, 其主要成分为黄芩苷, 是本制剂的有效成分之一。本文用高效液相色谱法测定黄芩苷含量, 为更有效控制该制剂的质量提供借鉴方法。

## 1 试剂和仪器

**1.1 仪器** Waters2695 高效液相色谱仪。Waters2695 联盟系统, Waters2996 二极管矩阵检测器, Millennium<sup>32</sup> 色谱工作站。

**1.2 试剂** 甲醇、四氢呋喃为色谱纯, 水为纯净水, 其他试剂均为分析纯。

**1.3 对照品** 黄芩苷为中国药品生物制品检定所提供(批号: 715-200111 供含量测定用)。使用前置五氧化二磷干燥器中干燥至恒重。

## 2 方法与结果

**2.1 供试品溶液的制备** 取本品研细, 取约 0.2g, 精密称定, 置 100mL 的具塞锥形瓶中, 分别加入甲醇 20、15、15 mL, 超声处理 60、30、30min 3 次, 每次静置数分钟, 吸取上清液, 并合并于 50mL 量瓶中, 最后定容至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取在五氧化二磷干燥器中干燥至恒重的黄芩苷对照品 3.16mg, 置 10mL 量瓶中, 加甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 为储备液。精密量取储备液 2mL, 置 10mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得(每 1mL 含黄芩苷 0.0632mg)。

**2.3 阴性供试品溶液的制备** 按本制剂的制备的方法制得缺黄芩的阴性样品制剂。取阴性样品制剂, 研细, 取 0.2g, 精密称定, 按供试品溶液的制备方法制得阴性供试品溶液。

**2.4 测定条件的选择**<sup>[1-3]</sup> 色谱柱: ODS YWG C<sub>18</sub> (4.6×150mm, 10 $\mu$ m); 流动相 甲醇-水-四氢呋喃-磷酸(47:53:4:0.04); 流速: 0.8mL/min; 检测波长: 277nm; 柱温: 30℃。理论板数按黄芩苷峰计算, 应不

低于 1800。

**2.5 线性关系的考察** 分别精密自动吸取 2.5、8、10、13、15 $\mu$ L 对照品溶液, 注入液相色谱仪, 测定, 以峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标做回归计算, 得一直线。回归方程为:  $Y = 4584000X - 70897$ ,  $r = 0.99993$ , 结果表明, 样品进样量在 0.126~0.948 $\mu$ g 范围内, 黄芩苷面积与进样量呈现良好的线性关系。

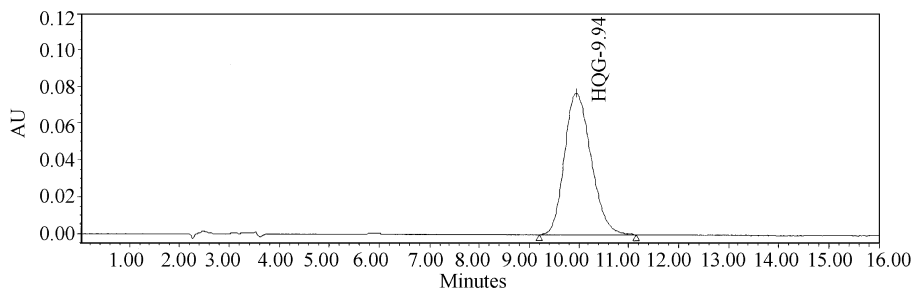


图 1 黄芩苷对照品 HPLC 图

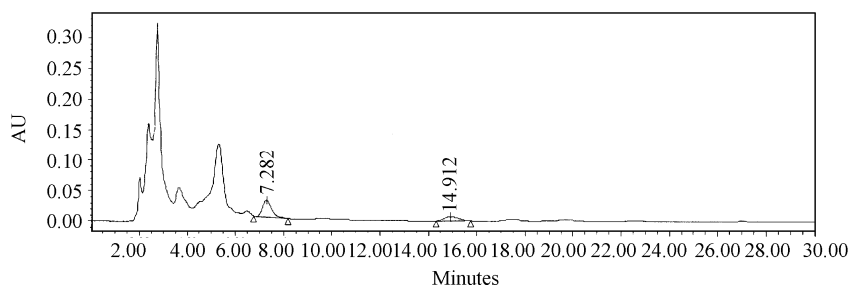


图 2 阴性液 HPLC 色谱图(缺黄芩)

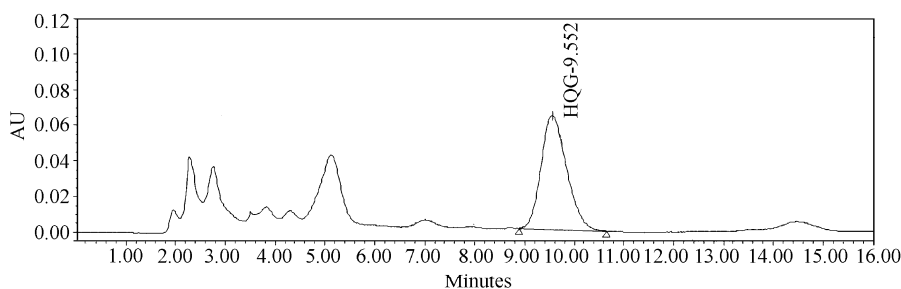


图 3 清解颗粒黄芩供试品(20040101) HPLC 图

**2.7 精密度试验考察** 精密吸取对照品溶液 10 $\mu$ L, 按上述色谱条件连续测定 5 次, 黄芩苷峰面积积分值的平均值为 2832206,  $RSD = 0.23\%$ 。

**2.8 稳定性试验考察** 取同一供试品溶液(批号: 20040101), 按上述方法操作, 按 0.2、4、6、8h 时间间隔进样一次(8 $\mu$ L), 分别测定峰面积积分值,  $RSD = 2.07\%$ , 试验结果表明, 供试品溶液在 8h 内基本稳定。

**2.9 重复性试验** 取 5 份样品(批号: 20040101), 分别按上述方法操作, 测定结果见表 1。

结果表明, 用此法测定样品中黄芩苷的含量, 重复性较好。

**2.10 加样回收试验** 取本品已知准确含量的样品

**2.6 阴性对照实验** 依法制备了缺黄芩的阴性对照品。按前法分别测定, 结果表明, 黄芩苷对照品与清解颗粒中黄芩苷的保留时间基本一致, 阴性供试品溶液在黄芩苷色谱峰位置处无相应的峰出现, 说明产品中黄芩苷来自于清解颗粒。所得黄芩苷对照品、供试样品及阴性供试品色谱图, 见图 1 至图 3。

(批号: 20040101) 0.1g, 精密称定, 置 100mL 具塞锥形瓶中。精密加入黄芩苷对照品储备溶液(1.58mg), 按上述方法测定, 测定结果见表 2。

表 1 重复性试验测定结果

序号	1	2	3	4	5	$\bar{x}$	RSD (%)
黄芩苷 ( $\mu$ g/g)	1245.5	1354.8	1356.6	1407.4	1396.5	1352.2	4.24

**2.11 三批清解颗粒含量测定** 按上述方法, 测定三批清解颗粒中黄芩苷的含量, 结果见表 3。

### 3 结论

用此法测定清解颗粒中黄芩苷的含量, 方法简便, 准确, 重复性好, 精密度高, 可作为该制剂中黄芩苷的质量控制方法。

表2 黄芩苷回收率试验测定结果

编号	样品重 (g)	样品中 含量 (mg)	对照品 加入量 (mg)	实测 总量 (mg)	回收率 (%)	均值 (%)	RSD (%)
1	0.1222	1.6216	1.58	3.1362	95.86		
2	0.1338	1.7755	1.58	3.3373	98.85		
3	0.1413	1.8751	1.58	3.4092	97.10	96.39	1.66
4	0.1409	1.8697	1.58	3.3712	95.03		
5	0.1274	1.6906	1.58	3.1935	95.12		

表3 三批清解颗粒中黄芩苷含量测定结果

批号	20040101	20040102	20040103
1	162.28	149.58	166.19
2	162.36	148.84	168.97
平均值	162.32	149.21	167.58

注:1、2和平均分别代表每一批号样品测定二次及其平均值,单位mg/袋。

#### 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, 2000. 248.
- [2] 魏璐雪. 中药制剂分析[M]. 上海: 上海科技出版社, 1998. 160-162.
- [3] 肖崇厚. 中药化学[M]. 上海: 上海科技出版社, 1998. 205-207.