

3.30% ,橙皮苷质量分数为 27.48% (n=5)。

表 2 L₉(3⁴) 正交设计结果

Table 2 Results of L₉(3⁴) orthogonal test

试验号	A	B	C	D(误差)	挥发油体 积分/ %	橙皮苷质 量分数/ %
1	1	2	1	1	3.32	26.88
2	1	2	2	2	3.29	27.14
3	1	3	3	3	3.23	27.27
4	2	1	2	3	2.78	26.93
5	2	2	3	1	2.75	27.44
6	2	3	1	2	2.79	27.54
7	3	1	3	2	2.18	27.11
8	3	2	1	3	2.16	27.30
9	3	3	2	1	2.06	27.71
挥发油	K ₁	9.84	8.28	8.27	8.13	
	K ₂	8.32	8.20	8.13	8.17	
	K ₃	6.40	8.08	8.16	8.26	
	R	3.44	0.20	0.14	0.13	
橙皮苷	K ₁	81.29	80.92	81.72	82.03	
	K ₂	81.91	81.88	81.78	81.50	
	K ₃	82.12	82.52	81.82	81.79	
	R	0.83	1.60	0.10	0.53	

表 3 方差分析表

Table 3 Variance analysis

方差来源	离差平方和	自由度	均方	F 值	显著性
挥发油	A	1.981 2	2	0.990 6	707.6 P<0.01
	B	0.006 8	2	0.003 4	2.4
	C	0.003 6	2	0.001 8	1.3
	D(误差)	0.002 9	2	0.001 4	
橙皮苷	A	0.12	2	0.060	12
	B	0.44	2	0.220	44 P<0.05
	C	0.01	2	0.005	1
	D(误差)	0.01	2	0.005	

$F_{0.05}(2,2) = 19.0$ $F_{0.01}(2,2) = 99.0$

3 讨论

青皮在机械粉碎过程中,研磨产生的温度及植物组织的破碎使挥发油有效成分散失很大,当粉碎度对有效成分影响较大时,往往将样品加工成粗粉或细粉。同时也必须考虑加热灭菌的效果,如果大生产时直接入药的药材染菌严重,为使其微生物限度检查符合规定,可以考虑在 60~80 的条件下,适当延长加热时间。

HPLC 法测定抗肝纤胶囊中黄芩苷的含量

李清娟^{1,2},张兰桐¹,刘翠艳²,梁敏^{2*}

(1. 河北医科大学药学院,河北 石家庄 050051; 2. 石家庄制药集团,河北 石家庄 050041)

抗肝纤胶囊的黄芩、龙胆、莪术、丹参、黄芪、虎杖、甘草等组成,具有清肝化痰、健脾益气之功效,主要用于防治肝纤维化。黄芩为方中君药,黄芩苷为其主要有效成分之一,且含量较高,因此采用高效液相色谱法测定样品中黄芩苷的含量以进行质量控制。

1 仪器与材料

HP 1100 高效液相色谱仪(惠普公司),黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所),抗肝纤胶囊(石家庄制药集团)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适应性试验: Hypersil C₁₈ 柱(250 mm × 5 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-水-磷酸(40:60:0.2); 检测波长 315 nm; 柱温为室温; 体积流量: 1 mL/min。理论板数按黄芩峰计算不低于 3 000。

2.2 溶液的制备

2.2.1 供试品溶液的制备: 取本品内容物 0.12 g, 置 50 mL 量瓶中, 加 70% 乙醇超声使溶解, 放冷, 加 70% 乙醇至刻度, 摇匀, 滤过, 即得。

2.2.2 对照品溶液的制备: 精密称取黄芩苷对照品适量, 加甲醇制成 0.06 mg/mL 的溶液, 即得。

2.2.3 阴性对照溶液的制备: 将除黄芩之外的其他药材按处方工艺制成阴性对照, 按 2.2.1 项方法制成不含黄芩的阴性对照溶液。

2.3 线性关系考察: 精密吸取黄芩苷对照品溶液(0.063 12 mg/mL) 0.5、2、5、7、10 μL, 按上述色谱条件进行测定。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 结果表明黄芩苷在 0.031 6~0.631 2 μg 与峰面积线性关系良好。回归方程 $Y = 6 107 + 2 146.948 X$, $r = 0.999 9$ 。

2.4 空白试验: 取阴性对照溶液, 注入色谱仪。结

* 收稿日期: 2003-10-10

作者简介: 李清娟(1969—), 女, 河北辛集人, 硕士, 现工作于石家庄制药集团, 主要从事中药新药的研制与开发, 主持完成两个中药有效部位的筛选, 一个中药三类新药的研发。E-mail: Lqjlf023@sohu.com

果图谱中在与黄芩苷色谱峰保留时间一致的位置上,有一小色谱峰干扰,但其面积值仅占样品的 0.7%,可忽略不计。认为方中除黄芩外的其他药味

均不干扰黄芩苷的测定(图 1)。

2.5 精密度试验:对同一份抗肝纤胶囊供试品溶液

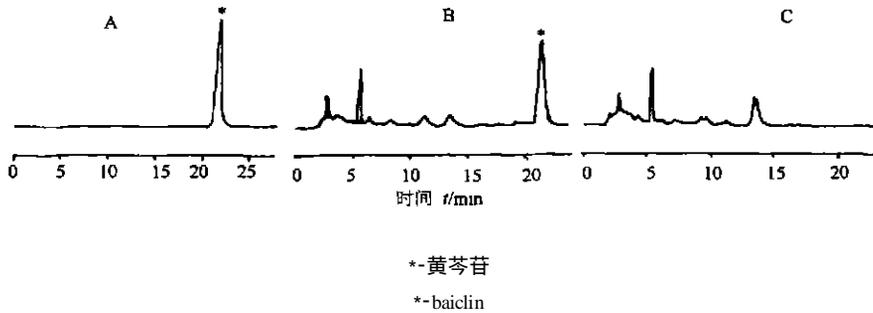


图 1 黄芩苷对照品(A)、抗肝纤胶囊(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC of baicalin reference substance (A), Kangganxian Capsule (B), and negative sample (C)

进行重复进样测定,测得黄芩苷峰面积的 RSD 为 0.34% (n=5)。

2.6 重现性试验:精密称取样品 5 份,制备供试品溶液进样测定,按黄芩苷质量分数计算 RSD 为 0.13% (n=5)。

2.7 回收率试验:精密称取已知含量的样品 0.06 g (含黄芩苷约 1.58 mg),分别加入对照品溶液 (1.262 4 mg/mL) 1.0、1.2、1.5 mL,按上述供试品溶液制备方法同法操作,测定回收率,结果平均回收率为 99.5%,RSD=1.01% (n=6)。

2.8 样品测定:精密吸取供试品溶液和对照品溶液各 5 μL,注入色谱仪,测定峰面积积分值,按外标法计算,结果见表 1。根据测定结果,暂定样品中黄芩苷的含量不低于 9.9 mg/粒。

表 1 抗肝纤胶囊中黄芩苷的含量 (n=3)

Table 1 Baicalin in Kangganxian Capsule (n=3)

批号	黄芩苷/(mg·粒 ⁻¹)
021210	11.52
021214	11.42
021216	10.93

3 讨论

为了排除制剂中其他成分对黄芩苷含量测定的干扰,试验中进行了阴性对照溶液的测定,在与黄芩苷色谱峰保留时间一致的位置上,有一小色谱峰干扰,但其面积值仅占样品的 0.7%,可忽略不计。

采用 HPLC 法对黄芩苷进行定量,分离效果好、专一性强、稳定性和重现性良好,为质量控制提供了可靠的方法。

薄层扫描法测定银黄胶囊中黄芩苷的含量

杨书良*

(哈尔滨商业大学药学院,黑龙江 哈尔滨 150076)

银黄胶囊由黄芩、金银花、栀子、石膏等药材组成,具有清热解毒的功效,用于流感、上呼吸道感染及各种发热疾病。黄芩为本方的主药,其主要活性成分黄芩苷具有明显的清热解毒作用。本实验采用薄层扫描法测定黄芩苷的含量,以其作为该制剂的质量控制标准。

1 仪器与试剂

日本岛津 CS-9000 型双波长薄层扫描仪;硅

胶 G(青岛海洋化工厂),自制硅胶 G 薄层板;聚酰胺薄膜(上海试剂四厂);试剂均为分析纯,去离子蒸馏水;黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所),银黄胶囊(自制)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:准确称取黄芩苷对照品,加甲醇制成 0.2 mg/mL 的溶液,即得。

2.2 供试品溶液的制备:取两粒胶囊内容物,精密

* 收稿日期:2003-12-16