

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

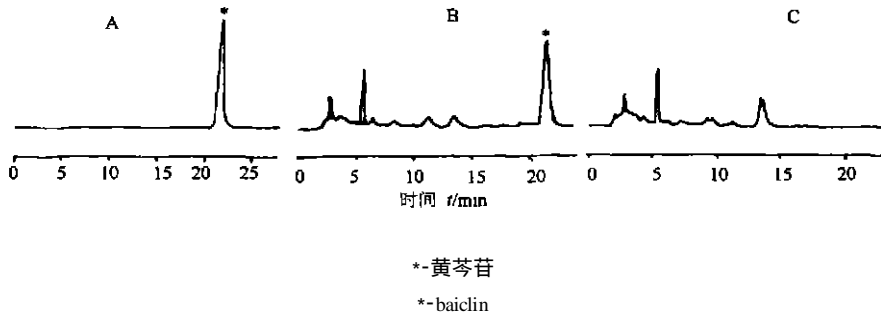


图 1 黄芩苷对照品(A)、抗肝纤胶囊(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

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 <sup>-1</sup> )
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

称定质量,以甲醇回流提取 4 h,浓缩后将残液移于 50 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,作为供试品溶液。

2.3 薄层扫描:取黄芩苷供试品液、对照品液,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以醋酸乙酯-丁酮-醋酸-水(10:7:5:3)上层液为展开剂展开,取出晾干,喷以 10%硫酸乙醇液,烘干后,供试品色谱与对照品色谱在相应位置上显相同颜色的棕褐色斑点。定位后,进行光谱扫描,测得黄芩苷的最大吸收波长为 286 nm,在 200~220 nm 几乎无吸收,背景在 200 nm 波长处有吸收,为了消除背景的干扰,选用样品测定波长  $\lambda_s = 286$  nm,参比波长  $\lambda_R = 200$  nm,锯齿扫描  $S_X = 3$ 。

2.4 线性关系考察:准确吸取黄芩苷对照品溶液 1、2、3、4、5  $\mu$ L 分别点于同一薄膜上,按上述条件展开,测定。结果表明黄芩苷在 0.2~1.0  $\mu$ g 点样量与峰面积值线性关系良好,回归方程为  $Y = 9.39 X + 4.45$ ,  $r = 0.9993$ 。其工作曲线不通过坐标原点,因此采用外标两点法。

2.5 稳定性试验:取对照品溶液适量,点样,展开晾干,显色,定位后立即扫描,每隔 20 min 测定一次,共扫描 4 次。结果黄芩苷的峰面积 RSD 为 3.1%,表明在 1 h 内峰面积值无明显变化。

2.6 精密度试验:在同一薄膜的不同位置上点相同量的黄芩苷对照品溶液;在不同薄膜上点相同量的黄芩苷对照品溶液,测定,结果以峰面积计的同板

RSD 为 2.3%,异板 RSD 为 4.4% ( $n = 5$ )。

2.7 回收率试验:取已知含量的 6 粒胶囊,内容物精密称定质量,各加入黄芩苷对照品 2.00 mg。按 2.2 项下操作制得回收液,点样,扫描测定,结果平均回收率为 100.16%,RSD 为 2.02% ( $n = 6$ )。

2.8 样品测定:取黄芩苷对照品溶液 0.6  $\mu$ L,供试品溶液 5  $\mu$ L,分别点于同一薄膜上,展开扫描,按外标两点法测定,结果见表 1。

表 1 银黄胶囊中黄芩苷测定结果 ( $n = 3$ )

Table 1 Baicalin in Yinhuang Capsule ( $n = 3$ )

批号	黄芩苷/(mg·g <sup>-1</sup> )
1	3.75
2	3.88
3	4.05
4	4.02
5	3.98

### 3 讨论

3.1 曾选用硅胶 G 板,但展开后的斑点不规整,有拖尾现象,变换展开剂后的效果也不理想。选用聚酰胺薄膜,展开后的斑点较规正,附近没有相同颜色斑点干扰,测定结果较稳定。展开过程中,展距要保持一致,否则影响数据的稳定性。

3.2 本实验采用双波长扫描,能消除由于薄层厚度不均匀而引起的基线波动,可靠地检测斑点的成分。而锯齿扫描又能消除展开后斑点形状不规则及浓度分布不均匀而产生的误差。

## 欢迎订阅 2005 年《中成药》杂志

《中成药》杂志是国家食品药品监督管理局信息中心中成药信息站出版的国家级期刊,月刊,国内外公开发行。本杂志创刊于 1978 年 8 月。本刊历年来被权威的北京大学图书馆确认为全国中文核心期刊,2004 年再次被确认,见《中文核心期刊要目总览》(北京大学出版社 2004 年版)。本刊多年来一直被确认为中国自然科学核心期刊、中国科学引文数据库核心期刊、《中文科技资料目录——医药卫生》收录源期刊、《中国生物医学文摘》数据库收录期刊,并获得首届中国学术期刊《CAJ—CD 规范》优秀期刊奖。

本刊主要报道中成药制剂工艺、药理作用、质量标准、成分分析、饮片炮制、临床应用、综述、古方研究、制药设备、企业管理、植物提取物等方面的研究论文。科研论文附英文摘要,并欢迎英文稿件。为了满足作者与读者的要求,缩短刊登周期,增加刊物内容,本刊从 2005 年第一期起由原先的大 16 开每期 88 页,扩版为 128 页,定价为 15.00 元,全年 180 元。国内邮发代号:4-249;国外代号:M-1093。欢迎到当地邮局订阅,也可直接向本刊编辑部订阅。

编辑部地址:上海市汉口路 239 号 131 室

电话:(021) 63213275, 63213363

电子信箱:med@stn.sh.cn

邮编:200002

传真:(021) 63213363

网址: <http://www.cherb.com.cn>