

表 1 荆芥、荆芥穗饮片、荆芥炭、荆芥穗炭饮片中的齐墩果酸和熊果酸定量结果 (n=2)

Table 1 Determination of oleanolic acid and ursolic acid in *Herba Schizonepetae*, *Spica Schizonepetae*, *Herba Schizonepetae Carbonisatum*, and *Spica Schizonepetae Carbonisata* (n=2)

样品号	荆芥/(mg·g <sup>-1</sup> )		荆芥穗/(mg·g <sup>-1</sup> )		荆芥炭/(mg·g <sup>-1</sup> )		荆芥穗炭/(mg·g <sup>-1</sup> )	
	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸	齐墩果酸	熊果酸
河北 1	0.412 4	1.631 4	0.571 3	2.381	0.034 19	0.068 40	0.240 4	0.740 8
河北 2	0.359 1	1.174 8	0.517 5	1.632	0.029 46	0.078 43	0.273 2	0.796 1
河北 3	0.327 8	1.158 5	0.539 4	1.645	0.026 67	0.070 28	0.224 0	0.621 1
河北 4	0.338 6	1.452 8	0.531 1	1.499	0.033 18	0.092 50	0.216 0	0.534 0
河北 5	0.401 1	1.680 4	0.545 0	1.597	0.025 75	0.062 75	0.292 9	0.771 3
江苏 1	0.268 4	0.984 0	0.545 9	1.334	0.023 05	0.071 89	0.204 4	0.636 0
江苏 2	0.271 1	0.960 0	0.501 5	1.221	0.024 71	0.071 85	0.143 3	0.470 4
山东 1	0.283 5	1.047 9	0.490 4	1.076	0.020 98	0.066 90	0.137 2	0.307 7
山东 2	0.217 3	0.890 3	0.453 4	1.273	0.023 02	0.061 00	0.105 7	0.311 8
山东 3	0.209 7	0.622 5	0.412 5	1.324	0.021 24	0.051 20	0.136 7	0.395 3

### 3 讨论

齐墩果酸和熊果酸为五环三萜,属齐墩果烷型皂苷,为同分异构体。该两种成分常共存于植物体

中,其检测方法报道有蒸发光散射检测法(ELSD)和紫外分光光度法(UV)<sup>[2~4]</sup>。本实验在选择检测方法时,先采用 ELSD 进行检测,但噪音过大且保留时间过长,因此改用紫外分光光度法,检测波长为 205 nm,流动相为乙腈-水。考虑到齐墩果酸和熊果酸为有机酸,在流动相中加入 1%冰醋酸,使得齐墩果酸和前面的干扰峰达到基线分离,分离度大于 1.5,同时齐墩果酸和熊果酸分离度达 1.5。

### References:

[1] Zhang L, Feng Y L, Ding A W. The research on the chemical components of *Schizonepeta tenuifolia* Briq. [J]. *J Chin Med Mater* (中草药), 2001, 24(3): 183-184.  
 [2] Yang X M, Xu F M. Determination of oleanolic acid and ursolic acid in *Lycopus lucidus* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(10): aux 11-aux 31.  
 [3] Pi W X, Cai B C, Qin J H. Determination of oleanolic acid and ursolic acid in Shanzhuyu Capsule [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(10): 1103.  
 [4] Xie Y, Wu C H, Xie J B. Determination of oleanolic acid and ursolic acid in *C. pinnatifida* Bge. [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35(10): 1417-1418.

## HPLC 法测定消炎片中黄芩苷

宋美姬

(吉林建筑工程学院,吉林 长春 130000)

消炎片是由蒲公英、紫花地丁、野菊花、黄芩组成的中药复方制剂,具有抗菌消炎之功效,用于呼吸道感染、发热、肺炎、支气管炎、咳嗽有痰、疔肿等的治疗。其中黄芩具有泻实火、除湿热的功效,用于壮热烦渴、肺热咳嗽、湿热泻痢、黄疸、热淋、目赤肿痛、痈肿疔疮的治疗;其主要含黄芩苷元、黄芩苷、汉黄芩素、汉黄芩苷和黄芩新素。因此本实验建立了 HPLC 法测定消炎片中黄芩苷的方法,为更好地控制产品的内在质量,完善该制剂的质量标准提供了依据。

### 1 仪器与试剂

岛津 LC-10AT 全自动液相色谱仪,岛津 SPD-10A 紫外检测器,Class-vp 色谱工作站;黄芩苷对照品(供定量测定用,中国药品生物制品检定所提供,批号 110715-200514);甲醇为色谱纯,水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

2.1 检测波长的确定:黄芩苷对照品溶液于紫外分光光度计 200~500 nm 波长下进行扫描,结果在 280 nm 波长处有最大吸收,故选定检测波长为 280 nm。

2.2 色谱条件:KromasiL C<sub>18</sub>柱(250 mm×4.6 mm 5 μm);流动相:甲醇-0.2%磷酸溶液(48:52);体积流量:0.8 mL/min;检测波长:280 nm;柱温:30 ℃。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取黄芩苷对照品 8.18 mg 置 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度。再精密吸取 0.65 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,即得。

2.4 供试品溶液的制备:取本品 20 片,研细,精密称取约 0.3 g,置 100 mL 量瓶中,加入 70%乙醇溶液适量,超声处理 50 min,取出,放冷,用 70%乙醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过。再精密吸取续滤液 3 mL,置 25 mL 量瓶中,用 70%乙醇溶液稀释至刻度,即得。

2.5 阴性对照溶液的制备:按本品的处方、制法制

备缺少黄芩的阴性样品,按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

2.6 专属性试验:取黄芩苷对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液分别注入液相色谱仪,进行测定,结果供试品溶液和对照品溶液在相应保留时间位置上出现相似峰,而阴性对照溶液无明显其他峰出现。

2.7 标准曲线的制备:精密称取黄芩苷对照品 8.18 mg 置 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度。再精密吸取 0.65 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,得 21.27  $\mu\text{g}/\text{mL}$  黄芩苷对照品溶液。分别取 4、7、10、13、16  $\mu\text{L}$  进样测定,记录峰面积。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,制备标准曲线,得回归方程  $Y=6\ 207+3\ 455\ 950\ X$ ,  $r=0.999\ 9$ 。结果显示黄芩苷在 0.085 07~0.340 3  $\mu\text{g}$  与峰面积呈良好的线性关系。

2.8 精密度试验:取 21.27  $\mu\text{g}/\text{mL}$  黄芩苷对照溶液,连续进样 5 次,每次 10  $\mu\text{L}$ ,测定峰面积,计算得其 RSD 为 0.46%。

2.9 稳定性试验:精密吸取供试品溶液分别于 0、4、8、12、24 h 测定黄芩苷峰面积,结果其 RSD 为 0.25%,表明供试品溶液在制备后 24 h 内较稳定。

2.10 重现性试验:取批号为 20040705 样品 5 份,精密称定,分别制备供试品溶液,进样测定,计算得黄芩

苷的平均质量分数为 60.6 mg/g, RSD 为 1.71%。

2.11 回收率试验:取批号为 20040705 的样品 0.15 g,共 6 份,精密称定,置具塞锥形瓶中,分别精密加入 1 mL 4.321 2 mg 黄芩苷对照品溶液,制备供试品溶液,进行测定,计算得平均回收率为 99.8%, RSD 为 1.77%。

2.12 样品测定:取 10 批样品,制备供试品溶液。分别精密吸取黄芩苷对照品溶液和供试品溶液各 10  $\mu\text{L}$ ,注入液相色谱仪,采用外标法计算黄芩苷的质量分数,结果见表 1。

表 1 消炎片中黄芩苷的测定结果 ( $n=3$ )

Table 1 Determination of baicalin in Xiaoyan Tablets ( $n=3$ )

批号	黄芩苷/(mg·片 <sup>-1</sup> )	批号	黄芩苷/(mg·片 <sup>-1</sup> )
20040705	30.3	20040301	29.3
20040511	29.2	20040302	27.6
20040506	32.9	20040301	27.0
20040403	28.5	20040605	25.6
20040409	32.7	20040604	29.7

### 3 讨论

曾采用《中国药典》2005 年版一部收载的黄芩项下的流动相甲醇-水(13:7),黄芩苷峰与其他峰分离度不好;经试验发现采用甲醇-0.2%磷酸溶液(48:52)为流动相适用性更好。

## 灌肠 I 号凝胶剂对大鼠结肠黏附性能和体外释放的研究

刘萍<sup>1</sup>,王瑞<sup>2</sup>

(1. 解放军总医院 中药房,北京 100853; 2. 南方医科大学中医药学院,广东 广州 510515)

灌肠 I 号系我院院内制剂,为白头翁汤加味止血、涩肠药物组方而成,治疗溃疡性结肠炎已有多,疗效显著<sup>[1]</sup>。由于该制剂为灌肠途径给药,煎煮费时费力,灌肠操作麻烦,门诊病人使用不便,并且作用时间较短。因此本实验采用正交设计优化辅料,进行优选组方的体外释药试验,筛选出合适的肠用生物黏附剂辅料处方与制备工艺。

### 1 仪器与材料

生物黏附测定装置(自制),Beckman DU-600 紫外分光光度分析仪。

卡波姆 934p、940、974p(美国 Goodrich 公司);

羧甲基纤维素钠(CMC-Na,上海赛璐珞厂);灌肠 I 号为本院中药房自制,440 mL 汤剂中含生药 160 g。SD 大鼠离体大肠黏膜组织由军事医学科学院提供。

### 2 方法

2.1 灌肠 I 号流浸膏的制备:将灌肠 I 号煎煮浓缩至含生药量为 1 g/mL,加入 95%乙醇使含醇量至 60%,室温下静置过夜(大于 12 h),抽滤,滤液回收乙醇,加热浓缩至流浸膏状,即得。

2.2 灌肠 I 号凝胶剂的制备:先将处方量的卡波姆撒布于含 100 mL 蒸馏水的锥形瓶液面上,静置 24 h,待其形成凝胶后,将规定量的羧甲基纤维素钠以

# HPLC法测定消炎片中黄芩苷

作者: [宋英姬](#)  
作者单位: [吉林建筑工程学院, 吉林, 长春, 130000](#)  
刊名: [中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)  
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)  
年, 卷(期): 2007, 38 (12)  
被引用次数: 4次

## 引证文献(4条)

1. [孙仁爽, 于威](#) HPLC法测定抗炎片中黄芩苷的经时变化[期刊论文]-[人参研究](#) 2009 (1)
2. [冯波, 施春玲, 郝乘仪, 郭淑英](#) RP-HPLC法测定芎菊上清丸中黄芩苷[期刊论文]-[中草药](#) 2009 (5)
3. [冯文革](#) HPLC法测定小儿解感片中黄芩苷的含量[期刊论文]-[陕西中医学院学报](#) 2009 (5)
4. [马嘉, 李蔚, 韩晗](#) 不同产地黄芩的质量对比[期刊论文]-[安徽医药](#) 2012 (12)

本文链接: [http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical\\_zcy200712024.aspx](http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200712024.aspx)