

• 药物分析 •

薄层扫描法测定双黄连口服液黄芩甙和绿原酸含量

范积平 任 雷¹(解放军第 421 医院药剂科 广州 510318; ¹解放军第 210 医院药剂科 大连 116021)

摘要 目的: 建立双黄连口服液有效成分的含量测定方法。方法: 薄层扫描法。结果: 方法的线性、精密性、回收率等指标良好。结论: 本法可以用于双黄连口服液中黄芩甙和绿原酸的含量测定。

关键词 薄层扫描法; 黄芩甙; 绿原酸

Determination of baicalin and chlorogenic acid in the shuanghuanglian oral solution by thin Layer chromatography- scanning

Fan Jipin Ren Lei (Department of Pharmacy, No 421 Hospital of PLA, Guangzhou, 510318)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To build up a quantitative determination method of shuanghuanglian oral solution. **METHODS:** Thin layer chromatography- scanning was used. **RESULTS:** Good linearity, precision and recovery is obtained. **CONCLUSION:** The method can be successfully employed to determine baicalin and chlorogenic acid in the shuanghuanglian oral solution.

KEY WORDS thin layer chromatography- scanning, baicalin, chlorogenic acid

双黄连口服液是近年推出的疗效较好的抗菌、抗病毒中成药, 由金银花、连翘、黄芩配伍而成, 本文采用两套薄层展开系统分离并扫描测定了双黄连口服液中黄芩甙^[1]、绿原酸^[2]含量。此方法操作简便、快速, 为有效控制其质量提供了依据。

1 仪器与试剂

日本岛津 CS-930 双波长薄层扫描仪。甲醇、乙酸试剂均为分析纯; 黄芩甙、绿原酸对照品均购自中国药品生物制品检定所。

2 实验方法

2.1 标准对照液制备

取黄芩甙、绿原酸对照品, 分别用甲醇制成标准对照液, 黄芩甙对照液浓度分别为 0.10, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80mg/ml, 绿原酸对照液浓度分别为 0.40, 0.60, 0.80, 1.00, 1.20mg/ml。

2.2 供试液制备

精取 12.5ml 待测液, 置 25ml 量瓶中, 加甲醇适量, 置热水中充分振摇, 放冷至室温, 加甲

醇稀释至刻度, 摇匀, 放置, 取上清液作为测定绿原酸的供试品溶液(I); 取该溶液, 稀释 10 倍, 所得溶液作为测定黄芩甙的供试品溶液(II)。

2.3 薄层层析

聚酰胺薄膜(20cm × 20cm), 展开剂: 35% 乙醇。0.80mg/ml 的黄芩甙对照品液与 1.20mg/ml 的绿原酸对照品液等比混合, 分别取 0.40mg/ml 黄芩甙对照液、0.60mg/ml 绿原酸对照液和等比混合液, 各点样 1 μ l, 展距 16cm, 取出, 晾干。在 UV(365nm) 荧光灯下, 黄芩甙呈紫褐色斑点, 绿原酸呈蓝色斑点。薄层色谱见图 1。

2.4 测定波长和扫描系数

扫描方式为反射法锯齿形扫描, 黄芩甙斑点的测定波长 $\lambda_s = 282\text{nm}$, 参比波长 $\lambda_R = 360\text{nm}$, 线性比较正系数 $S_X = 7$; 绿原酸斑点的 $\lambda_s = 325\text{nm}$, $\lambda_R = 370\text{nm}$, $S_X = 3$ 。

2.5 标准曲线制备

取前述对照液各 1 μ l, 依次点于同一块聚酰胺薄膜上, 按上述条件层析扫描测定。斑点面积为 Y , 点样量为 X , 绘制标准曲线, 回归方程:

黄芩甙: $Y = 9432X + 268.37, r = 0.9992,$

绿原酸: $Y = 36577X + 1930, r = 0.9991.$

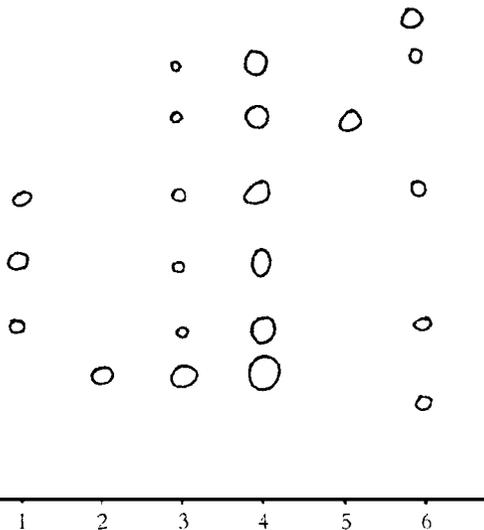


图 1 双黄连及对照品薄层扫描色谱图

- 1 黄芩空白
- 2 黄芩甙对照液(0.8mg/ml)
- 3 供试液(II)
- 4 供试液(I)
- 5 绿原酸对照液(0.4mg/ml)
- 6 金银花空白

2.6 精密度试验

表 2 样品测定结果

编号	黄芩甙含量 (mg/ml)	\bar{X} (mg/ml)	RSD (%)	绿原酸含量 (mg/ml)	\bar{X} (mg/ml)	RSD (%)
1	10.58	11.03	3.88	0.453	0.468	2.94
	11.09			0.471		
	11.43			0.480		
2	9.94	9.80	1.38	0.436	0.426	2.77
	9.67			0.413		
	9.80			0.429		

3 讨论

本方法无需复杂的样品处理步骤, 同时测定两组分含量, 方法简便、快速, 效果较满意。

因为黄芩甙、绿原酸的含量相差较大, 各自的线性范围不同, 因此虽是同时检测, 但必须采用不同的浓度测定。

在同一聚酰胺薄膜上, 点黄芩甙对照液(0.4mg/ml)和绿原酸对照液(0.80mg/ml), 依次间隔各点 5 点, 层析, 扫描, 测定斑点面积, RSD 分别为 3.12%, 3.57%。

2.7 加样回收率测定

精密量取黄芩甙对照液(0.4mg/ml)和绿原酸对照液(0.60mg/ml)各 2ml, 加入定量的双黄连口服液中, 按供试液制备方法制备, 并按上述条件测定, 结果见表 1。

表 1 加样回收率结果

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 R (%)	\bar{R} (%)	RSD (%)
1.031	0.80	1.841	101.2	98.3	2.57
1.078	0.80	1.856	97.2		
1.119	0.80	1.891	96.5		
1.124	1.20	2.336	101.0		
1.205	1.20	2.433	102.3	100.7	1.70
1.176	1.20	2.363	98.9		

2.8 样品测定

取供试液制备项下制得的测定黄芩甙的供试液(II), 用微量进样器点 1 μ l; 类似地取测定绿原酸的供试液(I), 用微量进样器点 2 μ l, 随行黄芩甙对照液和绿原酸对照液、黄芩空白液、金银花空白液。按上述条件测定, 结果见表 2。薄层色谱图见图 1。

参考文献

- 1 王菊美, 桑史宝. 薄层扫描法测定辛芩胶囊中的黄芩甙的含量. 中成药, 1997, 19(1): 13
- 2 李欣荣, 曹志胜. 中药制剂中绿原酸测定预处理方法研究. 中国中药杂志, 1997, 22(4): 220

(收稿: 1999-06-07)