

HPLC 法测定 6 种黄芩炮制品中黄芩苷的含量

李应征¹, 汲广军²(1. 解放军第 205 医院药剂科, 锦州 121001; 2. 武警 8624 部队, 葫芦岛 125003)

摘要: 目的: 比较黄芩各种炮制品的成分含量差异。方法: 用 HPLC 法测定黄芩生品及清蒸、冷浸、煮黄芩、炒黄芩、酒炒黄芩、黄芩炒炭等 6 种炮制品中黄芩苷的含量。结果: 黄芩苷的含量依上述顺序而降低。结论: 不同炮制品中黄芩苷的含量不同, 为临床科学使用黄芩提供了依据。

关键词: 黄芩; 炮制方法; HPLC 法; 黄芩苷

中图分类号: R927. 2; R93

文献标识码: B

文章编号: 1006- 0111(2000)01- 0035- 02

黄芩又名腐肠, 为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥的根, 是一味常用中药, 具清热燥湿、泻火解毒、止血安胎的功效, 其有效成分黄芩苷具有抗菌消炎、解热镇痛、降压利尿、抗氧化、降血脂等作用^[1]。黄芩的炮制方法较多, 有清蒸黄芩、冷浸黄芩、煮黄芩、炒黄芩、酒炒黄芩、黄芩炒炭等^[2], 本文用 HPLC 法测定并比较了各种炮制品中的黄芩苷含量。

1 仪器与药品

1.1 仪器

LC- 8A HPLC 仪(日本岛津); C- R4A 数字处理机; SPD- 6AV 检测器; SCL- 8A 系统控制器。

1.2 试剂与试药

黄芩(取自本院中药房, 购自安国药材市场); 黄芩甙对照品(由中国药品生物制品检定所提供); 试剂(甲醇为色谱纯, 异丙醇、乙酸为分析纯); 双重蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 样品炮制

生品黄芩: 取黄芩药材, 捡净杂质, 直接切片。

清蒸黄芩: 将黄芩切片润湿后放蒸锅内, 蒸 1h 后取出晾干。

冷浸黄芩: 将切片后的黄芩放冷水中浸 12h 后取出晾干。

煮黄芩: 将黄芩切片后放入沸水中煮 10min, 取出晾干。

炒黄芩: 取黄芩切片后用文火炒至表面微

焦为度, 取出, 放凉。

黄芩炒炭: 取黄芩切片后用文火炒至表面焦褐色, 边缘带黑色为度, 喷淋清水, 取出晒干。

2.2 提取液制备

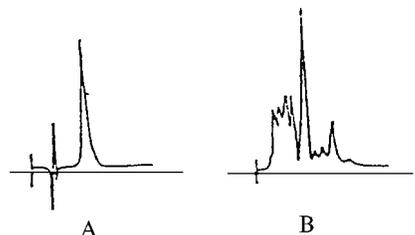
将上述黄芩生品及各种炮制品适量放 60℃ 烘箱中烘干, 用捣药钟捣成粉末, 过 20 目筛, 每种样品各取粉末 1g, 置 200ml 烧瓶中, 加 50% 甲醇 100ml, 水浴加热回流 1h, 用 50% 甲醇补至 100ml, 过滤, 取续滤液 1ml 置 50ml 容量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 过 0.45μm 微孔滤膜^[3]。

2.3 色谱条件

Develosil ODS- 5 色谱柱; 柱温: 室温; 流动相: 异丙醇- 甲醇- 3% 乙酸(5: 30: 65); 流速: 1ml/min; 检测波长: 279nm^[4]; 灵敏度: 0.04AUFs。

2.4 标准曲线的绘制

精密称取黄芩甙 5mg 于 100ml 量瓶中, 加 50% 甲醇溶解并稀释至刻度, 分别取 2, 4, 6, 8, 10μl, 均稀释至 10μl 进样, 浓度分别为 0.01, 0.02, 0.03, 0.04, 0.05mg/ml, 以浓度(X)为横坐标, 峰面积(Y)为纵坐标绘制标准曲线, 在上述



A 黄芩甙标准品 B 黄芩

图 1 黄芩甙标准品及黄芩 HPLC 图

浓度范围内,浓度与峰面积呈线性关系,回归方程为: $Y = 540826X + 474$, $r = 0.9999$,同时测得校正因子为 $f = 1.032 \times 10^{-5}$ ($n = 5$),HPLC 结果见图 1。

2.5 样品测定

取黄芩生品及各种炮制品在上述色谱条件测定,进样量为 10 μ l,每个样品进样 3 次,结果如表 1。

表 1 黄芩生品及其炮制品的黄芩苷含量

| 样品名称 | 含量 (%) | | | \bar{x} | 占生品百分比 (%) | RSD (%) |
|------|--------|-------|-------|-----------|------------|---------|
| | 1 | 2 | 3 | | | |
| 生品黄芩 | 14.28 | 14.02 | 14.24 | 14.18 | 100.00 | 0.99 |
| 清蒸黄芩 | 13.47 | 13.51 | 13.41 | 13.46 | 94.9 | 0.37 |
| 冷浸黄芩 | 12.83 | 12.81 | 12.89 | 12.84 | 90.5 | 0.32 |
| 煮黄芩 | 12.62 | 12.59 | 12.67 | 12.63 | 89.1 | 0.32 |
| 炒黄芩 | 11.13 | 11.15 | 11.03 | 11.10 | 78.3 | 0.58 |
| 酒炒黄芩 | 10.12 | 10.03 | 10.21 | 10.12 | 71.4 | 0.89 |
| 黄芩炒炭 | 2.93 | 3.04 | 2.89 | 2.95 | 20.8 | 2.60 |

2.6 回收率测定

精密称取黄芩苷标准品适量,加入 0.5g 黄芩粉末,混匀,按样品测定项下提取、测定,结果平均回收率为 98.17% ($n = 6$), $RSD = 1.8\%$ 。

3 讨论

黄酮类化合物是黄芩中主要成分,其中黄芩苷的含量又占总黄酮的 80% 以上,所以目前许多含黄芩(黄芩苷)的中(西)药复方制剂均以黄芩作为质量控制标准^[5],这也是本文选择黄芩苷来比较各种黄芩炮制品的原因。

黄芩的炮制方法很多,有几十种^[5]。本文选常用的 6 种与生品黄芩进行比较,结果表明黄芩苷的含量按生品、清蒸、冷浸、煮黄芩、炒黄芩、酒炒黄芩、黄芩炒炭的顺序依次下降,其中清蒸黄芩与生品黄芩中黄芩苷含量相差不多,而黄芩炒炭中黄芩苷含量最低,仅为生品黄芩的 2.08%,但黄芩苷并没有被完全破坏,这也从一个侧面证明了中药炮制学上的“炒炭存性”的原理。炒黄芩和酒炒黄芩因为局部受到高

热,故也有一部分黄芩苷被破坏。冷浸黄芩则因为部分黄芩苷溶于水而有所损失。

在中医临床实践中,针对不同的病症使用黄芩的不同炮制品,本次实验比较不同炮制品中的黄芩苷的含量差别,这仅是各种炮制品诸多差别中的一个方面,若想全面了解这些差别,还需进一步作其它少量成分的对比及药理实验研究等。

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海: 上海人民出版社, 1977. 2015~ 2021.
- [2] 乔传卓, 张汉明. 生药学[M]. 上海: 上海同济大学出版社, 1995. 155~ 157.
- [3] 刘华钢. HPLC 法测定柴黄片中黄芩甙的含量[J]. 中国中药杂志, 1997, (22)11: 674.
- [4] 傅桂兰. HPLC 法测定黄芩及其复方制剂中黄芩甙的含量[J]. 中国中药杂志, 1994, (19)12: 731.
- [5] 阴健, 郭力弓. 中药现代化研究与临床[M]. 北京: 学苑出版社, 1993. 559~ 569.

收稿日期: 1999- 04- 12

等吸收双波长消去法测定甲硝唑葡萄糖注射液中 5- 羟甲基糠醛含量

夏鹏霄, 袁洪泽, 杨瀚春(解放军第 513 医院药剂科, 兰州 732750)

摘要:目的:测定甲硝唑葡萄糖注射液中 5- 羟甲基糠醛的含量。方法:采用等吸收双波长消去法,并提供了注射液中 5- 羟甲基糠醛的限量检查的方法。结果:5- 羟甲基糠醛在 0.34~ 2.72 μ g/ml 浓度范围内,呈线性关系, $r = 0.9996$;其平均回收率为 101.03%, RSD 为 2.95% ($n = 5$)。结论:该方法可作为甲硝唑葡萄糖注射液中 5- 羟甲基糠醛的限量控制方法,方法简便,快速准确。