

蒲地蓝消炎片中黄芩苷的含量测定

★ 廖建春¹ 屈蓉² 田静² (1. 江苏省扬州中医院 扬州 225009; 2. 江苏省扬州药品检验所 扬州 225009)

摘要:目的:测定蒲地蓝消炎片中黄芩苷的含量。方法:采用 HPLC 法, C_{18} 柱, 以甲醇-水-冰醋酸(50: 50: 1)为流动相, 检测波长为 277 nm。结果:黄芩苷在 5.3 ~ 58.4 $\mu\text{g/ml}$ 范围内线性良好, $r=0.9999$, 平均回收率为 101.04% ($RSD=0.93\%$)。结论:此法准确、快速、精密度好, 可作为该产品的主要质量控制方法。

关键词:蒲地蓝消炎片; 黄芩苷; 高效液相色谱法

中图分类号:R 284.2 **文献标识码:**B

蒲地蓝消炎片是由蒲公英、黄芩、苦地丁、板蓝根等四味中药经提取、精制加工而制成。具有清热解毒、抗炎消肿的功效, 用于疖肿、腮腺炎、咽炎、淋巴腺炎、扁桃体炎等。本方收载于卫生部药品标准《中药成方制剂》第三册, 源于经典方, 主要成分黄芩具有清热燥湿、泻火解毒的功效。标准中无含量测定方法。本文也利用高效液相色谱法测定该药中黄芩苷的含量, 方法简便、准确、重现性好。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: waters 2695; 十万分之一电子天平(Sartorius cp225D); 黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所提供, 批号 110715 - 200514, 供含量测定用)。甲醇为色谱纯, 其他试剂均为分析纯, 水为蒸馏水。蒲地蓝消炎片(20050602 - 006、20050702 - 003、20051101) 由秦皇岛皇威制药有限公司提供。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为岛津 ODS C_{18} (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(50: 50: 1); 检测波长 277 nm, 流速 1.0 ml/min, 柱温 25 $^{\circ}\text{C}$ 。进样量 10 μl 。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取黄芩苷对照品 13.27 mg, 置 100 ml 量瓶中, 加 50% 甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品贮备液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 10 片, 除去糖衣, 精密称定重量, 研细, 混匀, 取约 1 片量, 精密称定, 置 50 ml 容量瓶中, 加 50% 甲醇适量, 超声处理 30

分钟, 放冷至室温, 加 50% 甲醇定容至刻度, 摇匀, 滤过, 精密吸取续滤液 5 ml 置 25 ml 容量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 用微孔滤膜(孔径 0.45 μm) 滤过, 做为供试品溶液。

2.4 线性关系考察 分别量取对照品贮备液 1.0、3.0、5.0、7.0、9.0、11.0 ml, 置 25 ml 量瓶中, 用 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀。分别取各稀释液进样各 10 μl , 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分值为纵坐标, 黄芩苷含量为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 332.73X - 0.1458$ ($r = 0.9999$), 在 5.3 ~ 58.4 $\mu\text{g/ml}$ 范围内线性良好。

2.5 精密度试验 精密吸取标曲项下 5.0 ml 对照品液 10 μl , 进样, 重复 5 次, $RSD = 0.96\%$ 。

2.6 稳定性试验 取供试品溶液, 分别于配制后 0、2、4、8 小时依法测定, 结果在 8 小时内 $RSD = 1.14\%$ 。

2.7 加样回收试验 取已知含量的供试品(批号 20050702 - 003), 精密称定, 平行 5 份, 分别精密加入一定量的黄芩苷对照品, 按供试品溶液制备方法制备, 测定加样回收率, 结果平均回收率为 101.04%, RSD 为 0.93%。

2.8 重复性试验 取同批样品(批号 20050702 - 003) 5 份, 按供试品制备方法平行制得 5 份供试品溶液, 测定黄芩苷的含量为 2.28%、2.27%、2.24%、2.24%、2.21%, 平均含量为 2.25%, RSD 为 1.2%。

2.9 阴性对照试验 按处方中药味的比例, 配制不

蕲蛇的真伪鉴别

★ 胡奕军¹ 胡奕勤² 黄立刚¹ (1. 江西省抚州市第一医院 抚州 344000; 2. 江西省抚州市药品检验所 抚州 344000)

关键词: 蕲蛇; 鉴别; 中国水蛇

中图分类号: R 282.5 文献标识码: B

蕲蛇为蝮科动物五步蛇 *Agkistrodon acutus* (Güenther) 的干燥体。别名五步蛇、棋盘蛇, 用于风湿顽痹, 麻木拘挛, 中风口眼歪斜, 半身不遂, 抽搐痉挛, 破伤风症, 麻风疥癣。由于本品目前市场较为紧缺, 出现很多掺伪的现象, 现将正品和各种伪品的鉴别方法分述如下:

1 真品辨识

真品蕲蛇为卷圆盘状, 盘径 17 ~ 34 cm, 体长可达 2 米, 头在中间稍向上, 呈三角形而扁平, 吻端向上, 习称“翘鼻子”。上腭有管状毒牙, 中空尖锐; 背部两侧各有黑褐色与浅棕色组成的“V”形斑纹, 其“V”形的两上端在背中线上相接, 形成一系列连贯相接斜方纹, 习称“方胜纹”, 有的左右不相接, 呈交错排列。腹部有黑色类圆形的斑点, 习称“连珠斑”; 腹内壁黄白色, 脊椎骨显露突起, 两侧具有多数肋骨。尾部骤细, 末端有三角形深灰色的角质鳞片 1 枚, 习称“佛指甲”。

2 常见伪品

2.1 中国水蛇 中国水蛇 *Enhydryn chinensis* (Gray), 别名泥蛇。全长 60 余厘米, 头部较大, 与颈

可明显区分, 有后沟牙。吻端宽钝, 吻鳞宽度超过高度, 从背面可见。背面深灰色或灰棕色, 只有大小不一的黑点, 排成三纵行。背鳞最外行暗灰色, 外侧 2 ~ 3 行红棕色。每一腹鳞前半部暗灰色, 后半部黄白色。上唇鳞亦为黄白色。

2.2 掺杂蛇肉 这种伪品一般从外观来看, 形状与正品基本相似, 只是一般蕲蛇显得肥壮, 但剥开皮层见有杂蛇肉附于蕲蛇脊骨两边, 有的掺有二、三层, 使外观看支觉肥壮感, 其它形状与蕲蛇相似, 这种伪品是用正品蕲蛇在加工过程中将皮翻起, 把杂蛇肉附上后, 再将皮合上, 以充正品。

2.3 掺铁条、铅丸、白糖、胶 这类伪品一般都是正品蕲蛇, 在头部、尾部掺细钢条或铅, 一般很难看出。在鉴别时应将头尾折断才能发现, 或用金属探测品检查或用磁铁吸之便可发现。掺白糖的蕲蛇是将白糖或盐粒涂于皮肉之间。手摸有砂粒感, 捏之有皮肉分离感。掺胶的伪品, 是在皮肉之间涂一种胶, 以增加重量, 这种情况用眼睛不易看出, 需剥开皮层才能发现。

(收稿日期: 2007-05-11)

含黄芩的群药, 按其工艺制成阴性对照样品, 再按供试品溶液制备方法制备并测定, 结果在与黄芩苷对照品相同保留时间处未显色谱峰。

2.10 样品测定 取不同批号的样品, 测定以峰面积按外标法计算, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果 (%)

生产批号	黄芩苷的含量	RSD
20050602	3.72	0.28
20051101	2.60	0.84
20050702	2.25	1.49

3 讨论

2005 版药典载黄芩苷的含量测定波长为 280 nm^[1], 本法以 50% 甲醇溶液为溶剂对黄芩进行紫外扫描, 结果在 277 nm 波长处有最大吸收, 故选 277 nm 为测定波长。本方法准确、快速、精密度好, 可作为该产品的主要质量控制方法。

参考文献

[1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 211.

(收稿日期: 2007-02-05)