

HPLC法同时测定化痰平喘片中黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素的含量

陈翔*,张红萍,许景景(舟山市食品药品检验检测研究院,浙江舟山 316021)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)06-0846-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.06.41

摘要 目的:建立同时测定化痰平喘片中黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为Diamonsil C₁₈,流动相为甲醇-0.1%磷酸(梯度洗脱),流速为1.0 ml/min,检测波长为277 nm,柱温为30 ℃,进样量为10 μl。结果:黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素检测进样量线性范围为0.069 04~0.690 4($r=0.999\ 4$)、0.054 56~0.545 6($r=0.999\ 6$)、0.030 36~0.303 6 μg($r=0.999\ 1$);精密度、稳定性、重复性试验的RSD<2%;加样回收率分别为97.64%~99.06%(RSD=0.57%, $n=6$)、98.31%~100.64%(RSD=0.85%, $n=6$)、97.53%~99.48%(RSD=0.76%, $n=6$)。结论:该方法操作简便、稳定、重复性好,可用于化痰平喘片中黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素含量的同时测定。
关键词 高效液相色谱法;化痰平喘片;黄芩苷;黄芩素;汉黄芩素

Simultaneous Determination of Baicalin, Baicalein and Wogonin in Huatan Pingchuan Tablet by HPLC
CHEN Xiang, ZHANG Hongping, XU Jingjing (Zhoushan Institute for Food and Drug Control, Zhejiang Zhoushan 316021, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the simultaneous determination of baicalin, baicalein and wogonin in Huatan pingchuan tablet. METHODS: HPLC was performed on the column was Diamonsil C₁₈ with mobile phase of methanol -0.1% phosphoric acid (gradient elution) at a flow rate of 1.0 ml/min, detection wavelength was 277 nm, column temperature was 30 ℃, and the injection volume was 10 μl. RESULTS: The linear range was 0.069 04-0.690 4 μg for baicalin ($r=0.999\ 4$), 0.054 56-0.545 6 μg for baicalein ($r=0.999\ 6$) and 0.030 36-0.303 6 μg for wogonin ($r=0.999\ 1$); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 2%; recoveries were 97.64%-99.06% (RSD=0.57%, $n=6$), 98.31%-100.64% (RSD=0.85%, $n=6$) and 97.53%-99.48% (RSD=0.76%, $n=6$). CONCLUSIONS: The method is simple, stable and reproducible, and can be used for the contents determination of baicalin, baicalein and wogonin in Huatan pingchuan tablet.
KEYWORDS HPLC; Huatan pingchuan tablet; Baicalin; Baicalein; Wogonin

化痰平喘片由南沙参、黄芩、地龙、暴马子皮、百部等7味药材组合而成,具有清热化痰、止咳平喘之功能。本品收载于原卫生部《中药成方制剂·第四册》^[1](标准编号:WS3-B-0705-91),原标准未收载含量测定项,现有文献对方中君药黄芩的研究多集中于测定黄芩苷一种成分^[2-4],尚无黄芩素和汉黄芩素含量测定的相关报道。鉴于黄芩素、汉黄芩素在抗菌、抗病毒、抑制炎症反应方面具有重要的药理活性^[5-6],为确保产品的质量,笔者建立以高效液相色谱(HPLC)法同时测定化痰平喘片中黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素的含量,经方法学验证,本方法操作简便、稳定、重复性好,可作为控制本制剂质量的分析方法。

1 材料

1.1 仪器

1200型高效液相色谱仪,包括二极管阵列检测器(美国Agilent公司);BS124S型电子分析天平(德国Satorius公司)。

1.2 药品与试剂

化痰平喘片(吉林天力泰药业有限公司,批号:130102、131021、140416;吉林亚泰明星制药有限公司,批号:20140219、20140617;吉林金宝药业股份有限公司,批号:140509;通药制药集团股份有限公司,批号:131125);黄芩苷对照品(批号:110715-201318,纯度:93.3%)、黄芩素对照品(批号:111595-201306,纯度:97.8%)、汉黄芩素对照品(批号:

111514-200403,纯度:98%)均购自中国食品药品检定研究院;甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为高纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Diamonsil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇(A)-0.1%磷酸(B),梯度洗脱(0~30 min, 40%→70% A; 30~35 min, 70%→40% A);流速:1.0 ml/min;检测波长:277 nm;柱温:30 ℃;进样量:10 μl。

2.2 溶液的制备

2.2.1 混合对照品溶液 精密称取黄芩苷对照品37.00 mg,置于50 ml量瓶中;精密称取黄芩素对照品27.89 mg,置于50 ml量瓶中;精密称取汉黄芩素对照品30.98 mg,置于100 ml量瓶中。分别用70%乙醇溶解并定容,制成黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素质量浓度分别为0.690 4、0.545 6、0.303 6 mg/ml的单一对照品溶液。精密量取上述单一对照品溶液各1 ml,置于同一10 ml量瓶中,加70%乙醇定容,制成黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素质量浓度分别为0.069 04、0.054 56、0.030 36 mg/ml的混合对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液 取本品,研细,取约0.2 g,精密称定,置于锥形瓶中,精密加入70%乙醇50 ml,称定质量,水浴加热回流1 h,放冷,再次称定质量,用70%乙醇补足缺失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.3 阴性对照溶液 按化痰平喘片处方工艺制备缺黄芩的阴性样品,按“2.2.2”项下供试品溶液制备方法制备阴性对照

* 主管药师,硕士。研究方向:中成药检验。电话:0580-2183120。E-mail:cx_1983@163.com

溶液。

2.3 系统适用性试验和专属性试验

分别取“2.2.1”“2.2.2”“2.2.3”项下混合对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各适量,按“2.1”项下色谱条件进样,记录色谱图,详见图1。由图1可知,在黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素对照品色谱峰相应的位置上,供试品色谱图中显示相同保留时间的色谱峰,且阴性对照无干扰。理论板数以黄芩素峰计为5 319,各色谱峰分离度均>1.5。

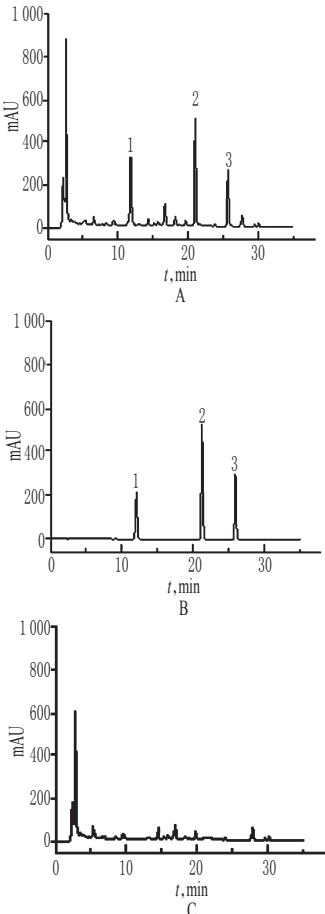


图1 高效液相色谱图

A.供试品;B.混合对照品;C.阴性对照;1.黄芩苷;2.黄芩素;3.汉黄芩素

Fig 1 HPLC chromatograms

A. test sample; B. mixed reference substance; C. negative control; 1.baicalin; 2.baicalein; 3.wogonin

2.4 线性关系考察

分别精密量取“2.2.1”项下单一对照品溶液各2、4、8、10、20 ml,分别将同一容量的不同对照品置于同一200 ml量瓶中,加70%甲醇定容,摇匀,制成系列混合对照品溶液。精密量取上述系列混合对照品溶液各10 μl,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以待测成分质量浓度(x, μg/ml)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,得黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素回归方程分别为 $y=2.916\times10^3x+5.327(r=0.999\ 4)$ 、 $y=4.892\times10^3x+4.121(r=0.999\ 6)$ 、 $y=5.348\times10^3x+5.563(r=0.999\ 1)$ 。结果表明,黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素检测进样量线性范围分别为0.069 04~0.690 4、0.054 56~0.545 6、0.030 36~0.303 6 μg。

2.5 精密度试验

取“2.2.1”项下对照品溶液适量,按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果,黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素峰面积的RSD分别为1.1%、0.8%、1.3%(n=6),表明仪器

精密度良好。

2.6 稳定性试验

取“2.2.2”项下供试品溶液(批号:130102)适量,分别于放置0、2、4、8、12、20 h时进样测定,记录峰面积。结果,黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素峰面积的RSD分别为0.9%、1.4%、1.2%(n=6),表明供试品溶液在20 h内基本稳定。

2.7 重复性试验

精密称取同一批样品(批号:130102)适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素的平均含量分别为9.15、7.10、3.62 mg/g, RSD分别为1.3%、1.6%、1.9%,表明本方法重复性良好。

2.8 加样回收率试验

取已知含量样品(批号:130102)适量,共6份,分别加入一定质量的黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素对照品,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,计算样品含量,并计算加样回收率,结果见表1。

表1 加样回收率试验结果(n=6)

Tab 1 Results of recovery test(n=6)							
待测成分	称样量, g	样品含量, mg	加入量, mg	测得量, mg	加样回收率, %	平均加样回收率, %	RSD, %
黄芩苷	0.102 7	0.939 7	0.911 3	1.834 0	98.13	98.4	0.57
	0.101 5	0.928 7	0.911 3	1.822 0	98.06		
	0.100 4	0.918 7	0.911 3	1.820 0	98.92		
	0.101 2	0.926 0	0.911 3	1.816 0	97.64		
	0.102 0	0.933 3	0.911 3	1.836 0	99.06		
	0.100 9	0.923 2	0.911 3	1.823 0	98.68		
黄芩素	0.102 7	0.729 2	0.720 2	1.445 0	99.34	99.3	0.85
	0.101 5	0.720 7	0.720 2	1.430 0	98.52		
	0.100 4	0.712 8	0.720 2	1.426 0	99.06		
	0.101 2	0.718 5	0.720 2	1.443 0	100.64		
	0.102 0	0.724 2	0.720 2	1.442 0	99.69		
	0.100 9	0.716 4	0.720 2	1.424 0	98.31		
汉黄芩素	0.102 7	0.371 8	0.400 8	0.768 0	98.81	98.6	0.76
	0.101 5	0.367 4	0.400 8	0.765 0	99.24		
	0.100 4	0.363 4	0.400 8	0.762 0	99.48		
	0.101 2	0.366 3	0.400 8	0.759 0	98.05		
	0.102 0	0.369 2	0.400 8	0.763 0	98.24		
	0.100 9	0.365 3	0.400 8	0.756 0	97.53		

2.9 样品含量测定

取4厂家8批次样品各适量,分别按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,计算样品含量,结果见表2。

表2 样品含量测定结果(n=3)

Tab 2 Results of contents determination of samples(n=3)				
样品批号	黄芩苷, mg/g	黄芩素, mg/g	汉黄芩素, mg/g	总量, mg/g
130102	9.15	7.12	3.62	19.89
131021	12.27	6.31	2.94	21.52
140416	10.03	7.49	3.36	20.88
20140219	16.07	6.58	2.16	24.81
20140617	13.65	5.99	2.64	22.28
140509	7.93	4.09	1.79	13.81
131125	15.28	8.41	4.13	27.82

3 讨论

笔者采用二极管阵列检测器,在200~400 nm波长下对供试品溶液和混合对照品溶液中目标成分进行了全波长扫描。结果,3种黄酮化合物在277 nm波长附近均有明显吸收峰,各待测成分色谱峰分离度良好,杂质吸收峰较小,因此选择277

我校基于社区药学服务人才培养的医学课程建设的实践与探索^Δ

杨朝晖*,秦红兵(盐城卫生职业技术学院基础医学部,江苏 盐城 224005)

中图分类号 R197 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)06-0848-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.06.42

摘要 目的:探索培养社区药学服务人才的医学课程建设。方法:根据高职高专药学专业培养面向社区药学服务岗位的人才定位要求,我校就优化医学课程结构、精选课程教学内容、强化职业能力培养、渗透人文教育几方面来加强医学课程建设。结果:在医学课程结构方面,我校将基础医学学科和临床医学学科分别综合为基础医学概论和临床医学概论两门课程。在教学内容的选取方面,以淡化医学课程的学科意识,不一味地追求各学科知识的系统性和完整性;遵循医学学科之间的逻辑关系;满足社区药学服务岗位工作的要求为原则来选取相关医学教学内容。增加实践教学内容,强化社区药学服务的职业技能培养,并将人文教育渗入相关的教学和实践。结论:通过加强医学课程建设,使医学课程结构和教学内容能够更好地满足“懂医精药”社区药学服务人才培养目标的要求。

关键词 社区药学服务;人才培养;医学课程;课程建设

Practice and Exploration of Medical Course Construction for Community Pharmaceutical Service Talents Cultivation in Our College

YANG Zhaoye, QIN Hongbing (Dept. of Basic Medicine, Yancheng Health Vocational & Technical College, Jiangsu Yancheng 224005, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To explore medical course construction for community pharmaceutical service talents cultivation. METHODS: According to the requirements for community pharmaceutical service talents cultivation in vocational colleges, Yancheng Health Vocational & Technical College strengthened the medical course construction by optimizing the curriculum system structure, selecting the teaching contents, reinforcing the students' vocational ability education and infiltrating humanistic education. RESULTS: In terms of medical curriculum structure, the college integrated the basic medical and clinical disciplines respectively into Essentials of Basic Medicine and Essentials of Clinical Medicine. In terms of selection the teaching contents, the college tried to weaken medical discipline consciousness and to follow the logical relationship among medical disciplines, not only pursuing the integrity and systematization of the knowledge from different subjects. Besides, the college added teaching contents, strengthened the cultivation of vocational skills, and increased the practical teaching contents as well as infiltrates the humanistic education into the practical teaching. CONCLUSIONS: Strengthening medical course construction makes it better for medical course structure and teaching contents to achieve the requirements of the pharmaceutical service talent cultivation goals of "good command of medicine and pharmacy".

KEYWORDS Community pharmaceutical service; Talents cultivation; Medical course; Course construction

nm作为检测波长。

笔者对提取方式(浸泡过夜、超声、回流)、提取溶剂(甲醇、70%甲醇、95%乙醇、70%乙醇)、提取时间(0.5、1、2 h)3个方面进行全面比较,最终确定70%乙醇,水浴加热回流1 h为最优提取方法。

黄芩及其有效成分黄酮类化合物具有广泛的药理活性,目前从黄芩中已发现41种黄酮类化合物,其中以黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素含量最高,且药理作用最为明显。现含黄芩药材的制剂标准中,多以黄芩苷一种成分作为指标考察制剂质量,缺少对黄芩中以黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素为代表的总黄酮进行研究。本试验发现化痰平喘片中黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素含量较丰富,且不同厂家生产的产品中黄芩总黄酮含量差异较大,建议在制剂质量标准中增加黄芩苷、黄芩素和汉

黄芩素的含量考察项目,并以黄芩总黄酮含量作为制剂质量的评价指标。

参考文献

- [1] 国家药典委员会.中药成方制剂:第四册[S].北京:人民卫生出版社,1998:37.
- [2] 钟建理,黄海燕,钟名诚.高效液相色谱法测定化痰平喘片中黄芩苷含量[J].中国药师,2008,11(12):1468.
- [3] 赵志刚,刘晓丽.高效液相色谱法测定化痰平喘片中黄芩苷的含量[J].中南药学,2009,7(5):399.
- [4] 赵海欣,赵连中.HPLC法测定化痰平喘片中黄芩苷和盐酸异丙嗪的含量[J].首都医药,2009(12):59.
- [5] 付璟,石继和.黄芩素体外抑菌与体内抗炎作用研究[J].中国药房,2014,25(23):2136.
- [6] 任晓东,符伟,张晓芸,等.天然产物汉黄芩素的研究进展[J].中国新药杂志,2011,20(9):777.

(收稿日期:2015-03-18 修回日期:2015-08-21)

(编辑:张静)

^Δ基金项目:江苏省高等教育教改研究立项课题(No.2013JS-JG434);江苏高校品牌专业建设工程资助项目(No.PPZY2015A097)

* 教授。研究方向:病原生物学与免疫学。电话:0515-89907556。
E-mail:Ywzy2005@126.com