



·论 著·

# 含黄芩、丹参中成药的 HPLC 法快速检验分析

郭 兵

(常德市食品药品检验所 湖南常德 415000)

**摘要:**目的:研究将 HPLC 高效液相色谱法应用于对含黄芩、丹参中成药的快速检验的具体效果与价值。方法:以肺力咳合剂、龙胆泻肝丸(水丸)、脉管复康胶囊为供试品,应用 HPLC 法对上述中成药药物中黄芩、丹参含量进行快速检验,对检验结果进行分析与报告。结果:黄芩对照药材中黄芩苷含量为 9.6%,肺力咳合剂同厂家 2 个不同规格 15 个不同批号中黄芩苷含量为 1.05~1.44mg/ml,龙胆泻肝丸(水丸)4 个不同厂家 11 个不同批号中黄芩苷含量为 4.04~11.23mg/g。丹参对照药材中丹参素含量为 0.23%,丹酚酸 B 含量为 7.03%,脉管复康胶囊 5 个不同批号中丹参素含量为 3.20~5.55mg/粒,丹酚酸 B 含量为 4.59~5.59mg/粒。结论:应用 HPLC 法可实现对含黄芩、丹参中成药的快速检验,具有溶液制备方法简单、色谱峰分离度好、分析时间短、精密度高等一系列优势,可作为含黄芩、丹参中成药药物快速检验的技术依据,在药物鉴定实践中推广应用。

**关键词:**黄芩;丹参;HPLC;快速检验**中图分类号:** R256.12**文献标识码:** A**文章编号:** 1009-5187(2017)22-012-02

既往大量报道中认为:药物成分与含量的快速检验在药物分析中占据着非常重要的地位。快速检验应当达到快速定性、定量的目的。近年来,国内外药物鉴定领域对快速检验技术的应用不断深入与成熟,包括显微、薄层、近红外等多种技术被广泛应用于药物快速检验过程中。作为中药制剂中广泛应用的药材,黄芩、丹参使用量大且涉及到的药物品种众多,加之受到生产工艺以及药材自身质量等因素的影响,导致药物制备期间极易出现质量问题,因此必须引起药物鉴定人员的高度重视。为进一步指导含黄芩、丹参中成药的快速检验,本研究中将 HPLC 高效液相色谱法应用于对含黄芩、丹参中成药的快速检验中,取得了确切的检验效果,将结果报告如下:

## 1 仪器与试剂

### 1.1 实验仪器

本次实验所涉及到的实验仪器包括:(1)高效液相色谱仪(仪器型号:Ultimate 3000;检测器:DAD);(2)色谱柱(250mm×4.6mm,5.0 μm);(3)超声波清洗器(功率 480W,频率 40KHZ);(4)恒温水浴锅

### 1.2 实验试剂

本次实验所涉及到的实验试剂包括:(1)黄芩苷对照品,由中国食品药品检定研究院提供;(2)黄芩对照药材,由中国食品药品检定研究院提供;(3)丹参对照药材,由中国食品药品检定研究院提供;(4)丹参素钠对照品,由中国食品药品检定研究院提供(5)丹酚酸 B 对照品,由中国食品药品检定研究院提供(6)肺力咳合剂,贵州健兴药业有限公司(7)龙胆泻肝丸(水丸)见表 2;(8)脉管复康胶囊见表 3(9)甲醇试剂,色谱纯;(10)乙醇试剂,色谱纯;(11)磷酸试剂,色谱纯;(12)乙腈试剂,色谱纯;(13)甲酸试剂,色谱纯;

(14)冰醋酸试剂,色谱纯;(15)纯水,一级水。

## 2 方法与结果

### 2.1 含黄芩中成药检验

精密称取黄芩苷对照品适量加入甲醇试剂,制备为 0.07mg/ml 标准对照品溶液备用。同时称取 0.3g 黄芩对照药材,精密称定,加 70%乙醇 40ml,加热回流 3 小时,放冷,滤过,滤液置 100ml 量瓶中,用 70%乙醇分次洗涤容器和残渣,洗液滤入同一量瓶中,用 70%乙醇定容至刻度,摇匀,精密量取 1.0ml,置 10ml 量瓶中加甲醇至刻度,摇匀作为对照药材溶液备用。供试品分别选择肺力咳合剂、龙胆泻肝丸(水丸)。其中,精密量取肺力咳合剂 5ml,置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,超声处理 10 分钟,放冷,加乙醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为肺力咳合剂溶液备用;龙胆泻肝丸(水丸),研细,取约 1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50%甲醇 50ml,密塞,称定重量,超声处理 20 分钟,放冷,再称定重量,用 50%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,作为龙胆泻肝丸(水丸)溶液备用;分别精密量取对照品溶液、肺力咳合剂溶液、龙胆泻肝丸(水丸)溶液各 10ul 注入液相色谱分析仪中进行检验。检验结果显示:黄芩对照药材中黄芩苷含量为 9.6%,肺力咳合剂溶液中黄芩苷含量见表 1,龙胆泻肝丸(水丸)溶液中黄芩苷含量见表 2。在肺力咳合剂同厂家 2 个不同规格 15 个不同批号、龙胆泻肝丸(水丸)4 个不同厂家 11 个不同批号以及黄芩药材的液相色谱图中,有与黄芩苷色谱峰保留时间一致的色谱峰,而且紫外光谱的最大吸收为 280nm,相似度为 99.99%,利用色谱峰面积以及相对保留时间可实现对各类中成药药物中黄芩药材含量的定性定量鉴别。

表 1

肺力咳合剂					
规格 150ml		规格 150ml		规格 100ml	
批号	含量 (mg/ml)	批号	含量 (mg/ml)	批号	含量 (mg/ml)
20161276	1.29	20170154	1.27	20170303	1.18
20170140	1.39	20170302	1.44	20170405	1.05
20161252	1.32	20.161285	1.34	20161260	1.18
20170412	1.34	20160905	1.34	20170203	1.09
20161282	1.31	20170101	1.32	20161241	1.11



表 2

批号	生产厂家	含量 (mg/g)
12160219	内蒙古天奇中蒙制药股份有限公司	5.59
20151012	河南百年康鑫药业有限公司	9.36
20151016		8.17
20151111		8.41
20151103		7.80
13160506		11.23
16011201	河南省康华药业股份有限公司	6.65
16050901		7.69
16042001		7.39
15092602		6.85
1603004	华润三九(枣庄)药业有限公司	4.04

### 2.2 含丹参中成药检验

精密称取丹参素钠对照品适量,加30%甲醇制成0.1mg/ml标准对照品溶液备用;精密称取丹酚酸B对照品适量,加甲醇-水(8:2)混合溶液制成0.1mg/ml标准对照品溶液备用。同时精密称取0.3g丹参对照药材,置50ml量瓶中,加30%甲醇溶液适量,超声处理30分钟,放冷,加30%甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为对照药材溶液(供丹参素测定用);再精密称取0.15g丹参对照药材,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇-水(8:2)混合溶液100ml,密塞,称定重量,超声处理30分钟,放冷,再称定重量,用甲醇-水(8:2)混合溶液补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液作为对照药材溶液(供丹酚酸B测定用)。供试品选择脉管复康胶囊。取10粒内容物,混匀,精密称取1g,置50ml量瓶中,加30%甲醇溶液适量,超声处理30分钟,放冷,加30%甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为脉管复康胶囊溶液(供丹参素测定用);精密称取内容物约0.45g,置50ml量瓶中,加水适量,超声处理30分钟,放冷,加水至刻度,摇匀,离心,取上清液,作为脉管复康胶囊溶液(供丹酚酸B测定用)。分别精密量取对照品溶液以及脉管复康胶囊溶液各10 $\mu$ l注入液相色谱仪中进行检验。检验结果显示:丹参对照药材中丹参素含量为0.23%,丹酚酸B含量为7.03%,脉管复康胶囊中丹参素及丹酚酸B含量见表3。在丹参药材、脉管复康胶囊的相同厂家5个不同批号色

谱图中有与丹参素钠、丹酚酸B色谱峰保留时间一致的色谱峰,而且紫外光谱的最大吸收分别为280nm、286nm,相似度分别为99.98%、99.99%,利用色谱峰面积以及相对保留时间可实现对各类中成药物料中丹参药材含量的定性定量鉴别。

表 3

批号	丹参酸B含量 (mg/粒)	丹参素含量 (mg/粒)
3H02	4.59	3.44
3C03	5.23	5.51
3C02	4.68	5.55
3000	5.59	3.20
4D01	5.12	3.90

### 3 讨论

对于中成药而言,由于其构成复杂,且入药药材在生长时间、来源、性质等方面均存在一定差异性,因此采用近红外、理化、以及显微等相关鉴别技术往往难以取得良好的鉴别效果,部分检验方法还存在溶剂污染风险大、干扰因素多、耗时较长等一系列问题。为了弥补以上方法对中成药含量检验的局限性,本研究中尝试应用HPLC法对含黄芩、丹参中成药进行快速检验。根据以上研究结果可见:参照药典标准中黄芩以及丹参等药材项下色谱条件,应用HPLC法可实现对含黄芩、丹参中成药的快速检验,具有溶液制备方法简单、色谱峰分离良好、分析时间短、精密度高等一系列优势,可作为含黄芩、丹参中成药快速检验的技术依据,在药物鉴定实践中推广应用。

#### 参考文献:

- [1]陈冬,李虎,魏悦,曹静亚,范毅.黄芩饮片、标准汤剂、中间体、配方颗粒的HPLC指纹图谱相关性研究[J].天然产物研究与开发,2017,30(04):1-8.
- [2]康四和.HPLC法快速检验几种含黄芩、丹参中成药[J].中国药师,2013,16(10):1595-1597.
- [3]赵建军,高晓娟,王英华,马玲,王汉卿.栽培黄芩与其对照药材的HPLC指纹图谱及近红外图谱比较研究[J].中国中药杂志,2016,41(22):4204-4209.
- [4]齐红梅,胡新颖.采用HPLC法快速检验几种含黄芩、丹参中成药的研究[J].中国处方药,2016,14(06):31-32.

(上接第11页)

意。腰硬联合麻醉是利用细腰穿刺方法,把麻醉药物注射到产妇的蛛网膜下腔,从而对脊柱甚至产生麻醉作用,在手术过程中不易出现牵拉、疼痛的情况,可有效降低应用镇痛剂而对新生儿产生伤害[3]。腰硬联合麻醉有着麻醉起效快,让腹部肌肉保持松弛状态,当产妇平卧之后可立刻实施手术,利于及时将新生儿分娩出,如果手术时间超过腰麻时间,可通过硬膜外导管增加麻醉剂量,从而保证手术时间充足,不受麻醉药物的影响。在手术之前,告知患者手术流程,让其不必过于紧张、担忧,保持良好的心态利于手术顺利进行[4]。

本文研究表明:实施腰硬联合麻醉患者的治疗有效率95.35%比硬膜外麻醉的86.05%要高,实施腰硬联合麻醉患者在药物起效时间方面优于硬膜外麻醉,实施腰硬联合麻醉出现不良反应发生率6.98%低于硬膜外麻醉患者的18.60%,差异有统计学意义( $P < 0.05$ ),这充分说明了腰硬联合麻醉效果的优势性,缩短取婴时间,确保新生儿和产妇的生命安全[5]。

综上所述:腰硬联合麻醉应用在剖宫产术中效果理想,可以让产妇的肌肉保持松弛状态,镇痛效果理想,应用麻醉剂量较少,有效降低术中、术后产妇出现不良反应,是剖宫产手术中最理想的麻醉方式。

#### 参考文献:

- [1]刘纳新,黄杏琼,江金环,等.新型轨道式腰椎联合穿刺针行腰硬联合麻醉在剖宫产手术中的应用.广东医学,2014,35(22):3554-3557.
- [2]刘纳新,黄杏琼,江金环,等.不同方式腰硬联合麻醉剖宫产患者术后自控镇痛效应的比较.广东医学,2015,36(5):712-714.
- [3]魏青.腰硬联合麻醉在高海拔地区妊高症产妇剖宫产术中的应用.山东医药,2014,54(11):84-86.
- [4]张庆梅,夏晓琼,查显忠,等.不同体位穿刺腰硬联合麻醉在肥胖孕产妇剖宫产手术中的比较.安徽医科大学学报,2014(1):110-112.
- [5]李圣君.罗哌卡因复合舒芬太尼腰硬联合麻醉在剖宫产术中的应用.山东医药,2012,52(2):93-94.