

Rh血型不合的血液或胎母 Rh血型不合的妊娠等同种免疫而产生。如果某个个体产生 Rh抗体,在输入 Rh血型不合的血液时,将发生溶血性输血反应,严重者可导致死亡,因此建议临床病人输血前检查除进行 ABO血型鉴定,还应作 Rho(D)抗原定型,以排除 Rh阴性病人误输 Rh阳性血液而导

致严重后果,所以 Rh血型检测是非常必要的。

参考文献

- [1]肖星甫.输血技术手册[M].成都:四川科学技术出版社,1992 497

(责任编辑:程立新)

文章编号: 1004-2113(2004)01-0046-02

HPLC法测定小儿双解止泻颗粒中黄芩苷的含量

何 鹏¹, 刘乐乐¹, 李国香²

(1. 内蒙古医学院 药理学系,内蒙古 呼和浩特 010059; 2. 内蒙古医学院 2000届毕业生)

关键词: HPLC; 黄芩苷; 含量测定

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

小儿双解止泻颗粒是一种针对小儿急慢性腹泻的纯中药制剂,除了止泻作用外,它还具有清热解毒的功效,其主要成分为中药黄芩。黄芩中所含的黄芩苷具有消炎、抗菌等药理作用^[1]。我们采用 HPLC法测定了小儿双解止泻颗粒中黄芩苷的含量,作为该产品的质量控制标准依据。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(日本岛津), LC-10ATVP 泵, SPD-10AVP检测器, SCL-10AVP色谱工作站, KQ-400DB型数控超声波清洗器,梅特勒 AG135电子分析天平;黄芩苷对照品购于中国生物制品检定所;供试品小儿双解止泻颗粒(批号 030401, 030402, 030403)由内蒙古惠丰药业提供;甲醇、四氢呋喃、磷酸为色谱纯;其他试剂均为分析纯。

2 实验条件

色谱柱为美国 Phenomenex C18柱(250 mm×4.6 mm, 5 μ m);

流动相: 甲醇-水-四氢呋喃-磷酸(200:300:50:0.2);

流速 1.00 mL/min;

检测波长 287 nm

3 实验方法与结果

3.1 对照品溶液的制备

精密称取在 60 $^{\circ}$ C真空干燥 4 h的黄芩苷对照品适量,加 50%乙醇制成每 1 mL含 10 μ g黄芩苷的溶液,作为对照品溶液。

3.2 供试品溶液的制备

称取样品 20 g,研细,精密称取 0.1 g置 5 mL

离心管中,加水 1.5 mL 超声使溶化,加 6 mol/L 盐酸 1 滴,摇匀,水浴加热 5 min,取出,放置 30 min,离心,上清液弃去,沉淀用 50% 乙醇微热溶解并定量转移至 50 mL 量瓶中,用 50% 乙醇稀释至刻度,摇匀,再精密量取 1 mL 置 10 mL 量瓶中,用 50% 乙醇稀释至刻度,摇匀,微孔滤膜 (0.4 μm) 滤过,取续滤液作为供试品溶液。

3.3 线性关系的考察

精密吸取黄芩苷对照品溶液 (10.2 μg/mL) 乙醇液适量,分别用 50% 溶液稀释至系列对照品溶液,分别进样 0.034 0.068 0.102 0.136 0.170 0.204 μg,按上述实验条件测定峰面积。以峰面积为纵坐标,黄芩苷的量 (μg) 为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程 结果为 $Y = 4533799.5X - 42669$, $r = 0.998$,线形范围为 0.03~ 0.2 μg

3.4 精密度试验

精密吸取黄芩苷对照品溶液 (10.2 μg/mL) 20 μL,依法测定,连续进样 5 次,结果 RSD 为 1.51%。

3.5 重现性试验

称取样品粉末 0.1 g,精密称定,共取 5 份,按 3.2 项下提取,测定,结果 RSD 为 0.82%。

3.6 稳定性试验

精密吸取同一份供试品溶液 20 μL,分别在 0 1 2 4 8 h 进样测定,结果黄芩苷的峰面积基本不变,结果 RSD 为 0.72%。

3.7 回收率试验

称取已经过测定的样品 0.1 g 5 份,分别精密加入对照品适量,按 3.2 项下提取,测定,结果为平均回收率为 101.34%, RSD 为 1.12%。

3.8 样品的含量测定

取 3 个不同批次的药品,按 3.2 项下依法制备样品,分别进样 20 μL 测定,结果见表 1

表 1 小儿双解止泻颗粒样品测定

	样品批号	平均含量 (mg/g)	RSD (%)
1	030401	29.6	0.93
2	030402	30.6	0.71
3	030403	32.1	0.81

4 讨 论

4.1 测定方法的选择

黄芩苷的测量方法有 HPLC 法与分光光度法^[2],但由于小儿双解止泻颗粒中成分复杂,我们采用了 HPLC 法能使黄芩苷与其他成分得到了满意的分离,操作简便、快速、准确。

4.2 流动相的选择^[3]

流动相的选择是本实验分离的关键,我们经过实验选择确定了甲醇-水-四氢呋喃-磷酸的比例为 200:300:50:0.2 这种流动相的分离效果理想。

4.3 提取溶剂的选择

我们曾用甲醇替换乙醇提取黄芩苷,其实验结果并无差异。

参考文献

- [1] 黄泰康. 常用中药成分与药理手册 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994: 1570
- [2] 王宝. 中成药质量标准与标准物质研究 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994: 226, 335
- [3] 郭平, 李章万, 蒋学华. HPLC 测定 12 种中成药制剂中黄芩苷的含量 [J]. 药物分析杂志, 1995; 15(5): 13-16

(责任编辑 程立新)