

HPLC 测定鼻炎糖浆中黄芩苷的含量

田更存 王爱香¹ 朱海燕¹ 王登旭¹ 高卫胜¹ (山东聊城 252000 山东省聊城市人民医院; ¹ 山东省聊城市药品检验所)

摘要 目的: 建立测定鼻炎糖浆中黄芩苷的 HPLC 测定方法。方法: 黄芩苷测定以 KYWG-C¹⁸ 为固定相, 甲醇-水-磷酸(47: 53: 0.2) 为流动相, UV 检测波长为 278 nm。结果: 黄芩苷在 0.06~0.01 mg/ml 浓度范围内与峰面积呈直线关系。回归方程为: $Y = -1.46 \times 10^4 + 1.98 \times 10^4 X$, $r = 0.9996$, 平均回收率为 102.91%, 日内和日间 RSD 均低于 5%。结论: 本法测定鼻炎糖浆中黄芩苷的含量简便、准确、快捷, 可用于鼻炎糖浆的质量控制。

关键词 HPLC; 黄芩苷; 鼻炎糖浆

Determination of baicalin in Biyan Tangjiang by HPLC

Tian Gengcun (Tian GC), Wang Aixiang (Wang AX), Zhu Haiyan (Zhu HY), et al (People's Hospital of Liaocheng Shandong, Liaocheng 252000)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish HPLC method for the baicalin in Biyan Tangjiang. **METHOD:** Baicalin was separated on KYWG-C¹⁸ column and detected at 278 nm, with methanol-water-phosphoric acid (47: 53: 0.2) as mobile phase. **RESULTS:** There was good linearity from 0.06 to 0.01 mg/ml ($r = 0.9996$, $Y = -1.46 \times 10^4 + 1.98 \times 10^4 X$) in separation of baicalin. The average recovery was 102.91%. The inter-day and intra-day RSD of Biyan Tangjiang were all less than 5%. **CONCLUSION:** This method was a simple, rapid and accurate. This study could be as the reference to establish quality standard for Biyan Tangjiang.

KEY WORDS HPLC; Baicalin; Biyan Tangjiang

鼻炎糖浆由黄芩、白芷、辛夷等 7 味中药经提取精制而成, 对于鼻渊头痛、鼻塞、慢性鼻炎等有较好的疗效, 我院已生产和应用多年。为提高产品质量, 我们进行了多方面的研究。本文对采用高效液相色谱法(HPLC)测定鼻炎糖浆中黄芩苷的含量予以报道。

1 仪器和试剂

1.1 仪器 超声波处理器(山东济宁), HPLC 色谱仪、UV100 紫外检测器、色谱柱: KYWG-C¹⁸ 键合固定相、5 μm 、15 cm \times 4.6 mm ID(美国 TSP 公司)。

1.2 试剂及药品 黄芩苷(中国药品生物制品检定所), 甲醇(色谱纯), 磷酸(色谱纯), 其它试剂均为分析纯。鼻炎糖浆(山东省聊城市人民医院), 所用中药材均由山东省聊城市药品检验所高国敬副主任药师鉴定。

2 方法和结果

2.1 色谱条件 KYWG-C¹⁸ 反相柱(15 cm \times 4.6 mm ID), 粒径 5 μm , 流动相为甲醇-水-磷酸(47: 53: 0.2), 流速

为 1 ml/min, 检测波长 278 nm, 灵敏度 0.1 AUFS, 柱温 25 $^{\circ}\text{C}$, 柱压 70 kg/cm², 理论塔板数为 2676。

2.2 对照溶液的制备 精密称取 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的黄芩苷对照品 2.91 mg, 置 25 ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度。精密量取 1.0 ml、2.0 ml、3.0 ml、4.0 ml、5.0 ml 置 10 ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液备用。

2.3 样品溶液的制备 精密量取本品 1.0 ml, 置 25 ml 量瓶中, 加甲醇摇匀并稀释至刻度, 超声处理溶解 20 min, 离心(3000 r/min) 10 min。精密量取上清液 2.0 ml, 置 10 ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为样品溶液备用。

2.4 阴性对照溶液的制备 按本品制剂工艺制备不含黄芩的制剂, 同样品溶液制备方法制备, 作为阴性对照溶液备用。

2.5 线性关系考察 分别精密注入上述浓度的对照品溶液 10 μl , 在 278 nm 处测定。以峰面积值(Y) 对对照品溶液浓度(X) 作回归计算, 其相关系数 $r = 0.9996$, 回归方程 $Y = -1.46 \times 10^4 + 1.98 \times 10^4 X$, 表明黄芩苷在 0.06~0.01 mg/ml 浓

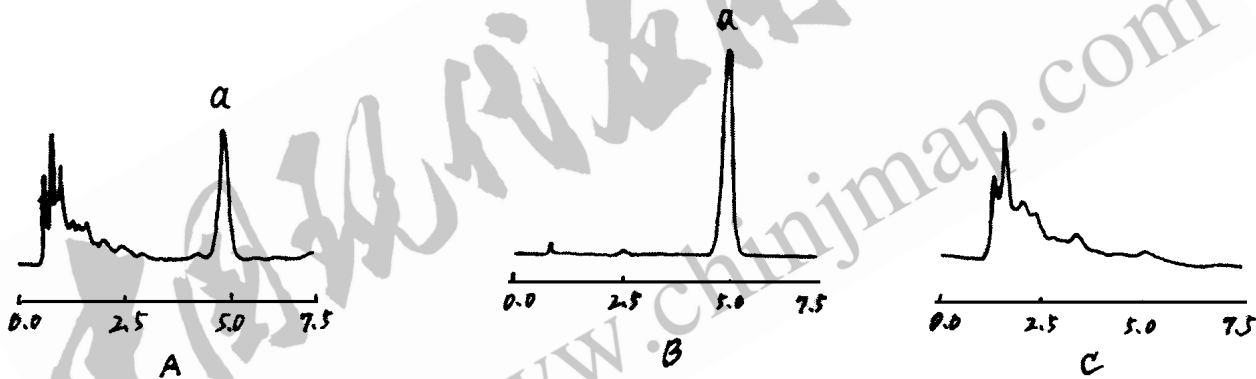
度范围与峰面积呈直线关系。

2.6 精密性试验 精密注入样品溶液 $10\ \mu\text{l}$, 重复进样 5 次, 日内 $\text{RSD}=1.00\%$ ($n=5$)。日间 $\text{RSD}=1.43\%$ ($n=6$)。

2.7 加样回收率实验 精密量取已测得含量的样品溶液 $1\ \text{mL}$, 置 $10\ \text{mL}$ 量瓶中, 加甲醇摇匀并稀释至刻度, 超声处理溶解 $20\ \text{min}$, 离心 ($3000\ \text{r}/\text{min}$) $10\ \text{min}$, 精密量取上清液 $2\ \text{mL}$, 对照品溶液 ($0.1164\ \text{mg}/\text{mL}$) $2\ \text{mL}$ 置 $10\ \text{mL}$ 量瓶中, 加甲醇摇匀并稀释至刻度, 精密注入该溶液 $10\ \mu\text{l}$, 测定 5 次, 平均回收

率为 102.91% , RSD 为 0.75% 。

2.8 样品测定结果 按样品测定方法对 5 批制剂 (批号: 9801209、990312、990427、990522、990629) 中的黄芩苷进行测定, 5 批样品中黄芩苷的含量分别为 $1.065\ \text{mg}/\text{mL}$ ($n=5$, $\text{RSD}=1.00\%$); $1.103\ \text{mg}/\text{mL}$ ($n=5$, $\text{RSD}=0.92\%$); $1.087\ \text{mg}/\text{mL}$ ($n=3$, $\text{RSD}=1.21\%$); $0.939\ \text{mg}/\text{mL}$ ($n=3$, $\text{RSD}=1.45\%$); $1.183\ \text{mg}/\text{mL}$ ($n=3$, $\text{RSD}=0.98\%$)。鼻炎糖浆样品、黄芩苷对照品及阴性对照品测定 HPLC 图谱见图 1。



A—鼻炎糖浆样品 B—黄芩苷对照品 C—阴性对照品 a—黄芩苷 ($R_t=4.923\ \text{min}$)

图 1 鼻炎糖浆样品、黄芩苷对照品及阴性对照品 HPLC 色谱图

3 讨论

3.1 在紫外吸收光谱测定中对照品溶液与样品溶液在 $260\sim 295\ \text{nm}$ 之间紫外吸收光谱一致, 且最大吸收波长为 $278\ \text{nm}$, 故选择 $278\ \text{nm}$ 为检测波长。

3.2 采用本文测定鼻炎糖浆中黄芩苷含量的方法简便、准确、快速, 可用于该品的质量控制。

收稿日期: 2000-03-01