

高效液相色谱法测定茵陈合剂中黄芩苷的含量

龙世平(深圳市松岗人民医院,深圳 518105)

摘要:目的 对茵陈合剂中黄芩苷进行含量测定。方法 采用 HPLC 测定制剂中黄芩苷的含量。结果 制剂中黄芩苷的含量平均值为 $16.59\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, $\text{RSD}=0.95\%$ 。结论 该法简便、迅速、准确,重现性好。

关键词:高效液相色谱法;复方茵陈合剂;黄芩苷

复方茵陈合剂为茵陈、黄芩、栀子、鸡骨草等十种中草药提取物配制而成的复方制剂,具有清热祛湿、舒肝解郁和降低谷丙转氨酶等功效,其主要活性成分之一为黄芩苷。本研究采用反相高效液相色谱法测定其含量,实验结果表明,本法不受制剂中其它任何组分的干扰,能准确反映黄芩苷的实际含量。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

高效液相色谱仪:日本岛津 LC-6A;SPD-6AV 紫外检测器;C-R4A 数据处理机。CQ-250 超声波仪:上海超声仪器厂。

1.2 试剂

供试品由深圳市松岗人民医院提供。黄芩苷对照品由中国药品生物制品检定所提供。其它试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱 C_{18} -ODS($4.6\text{mm} \times 150\text{mm}$, $5\mu\text{m}$),流动相甲醇-水-冰醋酸(47: 53: 0.8);检测波长为 279nm,柱室室温,流速: $1.0\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$,进样量 $10\mu\text{L}$,理论板数不低于 1500。

2.2 线性关系考察

取 105°C 干燥至恒重的黄芩苷对照品,加甲醇适量,超声使其溶解,放冷,加甲醇配制成每 mL 含 0.2mg 溶液。再精密量取 0.3mL , 0.6mL , 0.9mL , 1.2mL , 1.5mL , 1.8mL ,加甲醇稀释至 10mL ,分别进样 $10\mu\text{L}$,以进样浓度(mg/mL)对峰面积计算,得标准曲线回归方程($n=6$) $A=0.0615C-0.0427$, $r=0.9995$ 。结果表明在 $0.08 \sim 0.36\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好。

2.3 空白试验

配制缺黄芩的阴性样品,称取适量黄芩药材按上述方法实验,精密吸取上述各溶液 $10\mu\text{L}$ 以及黄芩苷对照品 $10\mu\text{L}$ 分别注入液相色谱仪中测定,可得缺黄芩的阴性样品色谱图

或黄芩药材色谱图,以及黄芩对照品色谱图,结果表明,阴性样品无干扰。

2.4 精密度试验

取对照品溶液($37.2\mu\text{g} \cdot \mu\text{L}^{-1}$) $10\mu\text{L}$ 注入液相色谱仪中,重复进样 5 次,黄芩苷面积积分值的相对偏差 $<2\%$,表明本方法精密度良好。

2.5 回收率试验

精密量取阴性样品 1mL ,加甲醇稀释至 50mL ,再精密量取稀释液 1mL ,共计 6 份。分别精密加入浓度为 $0.3\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液 0.6mL , 0.9mL , 1.2mL , 1.5mL , 1.8mL ,各以甲醇稀释至 10mL ,进样 $10\mu\text{L}$,按外标法计算,分别测得回收率为 100.5% , 100.7% , 100.2% , 100.3% , 99.9% , 99.1% ,平均值为 100.1% , $\text{RSD}=0.81\%$ 。

2.6 重现性试验

取供试品样品,在日内测定 6 次,测定结果,其峰面积的 RSD 为 0.95% 。取上述相同样品,在日间测定 6 次,测定结果 $X(\text{mg}/\text{mL})=17.18$, $\text{RSD}=0.93\%$ 。

2.7 样品的测定

取本品 10mL ,精密量取 1mL ,加 50% 甲醇稀释至 50mL ,再精密量取稀释液 1mL ,加甲醇至 10mL ,进样 $10\mu\text{L}$,依法测定^[1],按外标法计算含量,复方茵陈合剂中黄芩苷含量(mg/mL)分别为 16.72 、 16.64 、 15.90 、 16.37 , $\text{RSD}=0.95\%$ 。

3 讨论

关于黄芩苷测定方法文献报道较多,其中有比色法,薄层扫描法,高效液相色谱法^[2]等,其中以高效液相色谱法简单、快速、分离效果好。

本法中,取样品加甲醇稀释后,需要静置 3h 左右,滤过,以除去甲醇不溶性物质,可以减少色谱图中的杂峰,同时保护色谱柱。

参考文献

[1] 卫生部药政局,中国药品生物制品检定所编.中国药品检验标

作者简介:龙世平,大学,药剂科主任,主管药师,联系电话:13603075539

准操作规范[S]. 第一版. 北京: 中国医药科技出版社, 1996, 182.

[2] 季逸云, 黄启娟, 刘柏年, 等. 高效液相色谱法测定茵栀黄注射

液中黄芩甙的含量[J]. 中成药, 1997. 19(3):9.

收稿日期: 2004-07-19