

HPLC 法测定炎痛宁滴眼液中黄芩甙的含量

张玉杰 邵爱新 吴 清(北京中医药大学中药学院 北京 100029)

摘要 采用 HPLC 法测定炎痛宁滴眼液中黄芩甙含量。平均回收率为 100.61%,RSD 为 1.49%。

关键词 HPLC 黄芩甙 炎痛宁滴眼液

Determination of Baicalin in the Eye Drop of Yantongning by HPLC

Zhang Yujie, Shao Aixin, Wu Qing

(Department of Chinese Pharmacy, Beijing University of TCM, Beijing 100029)

Abstract: HPLC was used to determine the contents of baicalin in the eye drop of Yantongning. The average recovery was 100.61%, RSD: 1.49%

Key words: HPLC, baicalin, Yantongning

炎痛宁滴眼液是我校附属医院通过多年
临床实践摸索出的治疗细菌性角膜炎、结膜

炎、单疱病毒性角膜炎的有效方剂。具有祛
风、清热、祛翳明目、抗菌消炎止痛之功效。该

方由黄芩、防风、冰片、野菊花等药物组成,经提取精制而成滴眼液。其中黄芩为君药,故采用 HPLC 法测定制剂中黄芩甙的含量^[1],作为控制该药的质量指标。此法具有样品处理简单、干扰小,准确等优点。

1 仪器与试药

Waters 高效液相色谱仪,510 型输液泵;490 型可调波长检测器;745 型积分仪;U6K 进样阀。黄芩甙对照品购自中国药品生物制品检定所。所用试剂均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱: YWG-C₁₈ 反相柱(4.0mm × 25cm),粒度 10μm;流动相: 甲醇-水-四氢呋喃-磷酸(200 : 300 : 50 : 0.165);检测波长: 280nm;灵敏度: 0.05AuFs;流速 1ml/min;柱温室温。

3 实验方法与结果

3.1 线性关系考察 精密称取黄芩甙对照品 1.80mg 至 50ml 容量瓶中,加 50%乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀(即 0.036mg/ml)。分别精密吸取 2.5、5.0、7.5、10.0、12.5μl,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积积分为纵坐标,黄芩甙对照品进样量(μg)为横坐标绘制标准曲线,计算得回归方程: $Y = 2.5566x + 2.3424 \times 10^{-5}$, $r = 0.9994$ 。表明黄芩甙在 0.09μg~0.45μg 范围内具有良好的线性关系。

3.2 供试品溶液的制备及测定 精密吸取样品液、缺黄芩阴性对照液各 1ml 于 100ml 容量瓶中,加 50%乙醇至刻度、摇匀。再精密

吸取 1ml 至 10ml 容量瓶中加 50%乙醇至刻度,摇匀,作为样品液及缺黄芩阴性对照液。分别吸取上述两种溶液及黄芩甙对照品溶液各 5μl,注入高效液相色谱仪,结果见附图。表明处方中其他成分对黄芩甙测定无干扰。

3.3 仪器精密度试验 精密吸取对照品溶液(浓度 0.036mg/ml)5μl,重复进样 5 次,黄芩甙峰面积积分值的 RSD 为 2.51%。

3.4 重复性试验 取同一批号样品,精密吸取 5 份,按供试品溶液制备项下操作、测定,计算每份样品中黄芩甙的含量,结果平均含量为 2.711(g/100ml),RSD 为 0.63%。

3.5 回收率试验 采用加样回收法,取已知含量的样品液,按 1 : 1 加入黄芩甙对照品,按供试品溶液制备和测定,结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

样品中含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	\bar{x} (%)	RSD (%)
0.1403	0.144	0.2873	102.11		
0.1403	0.144	0.2829	99.09	100.61	1.49
0.1403	0.144	0.2852	100.62		

3.6 样品测定 吸取样品液进样,按上述色谱条件测定,用外标峰面积法计算炎痛宁滴眼液中黄芩甙含量,结果见表 2。

表 2 样品测定结果

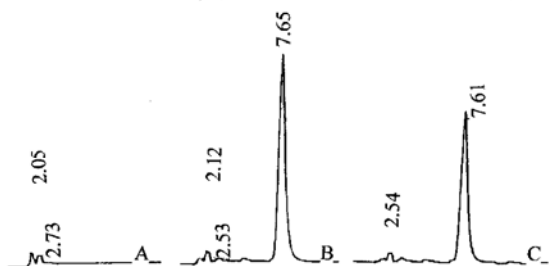
批号	黄芩甙含量 (mg/100ml)		RSD (%)
971005	2.564	2.707	2.686
971011	2.600	2.720	2.708
971020	2.705	2.732	2.659
971024	2.834	2.885	2.869

4 讨论

采用本法测定炎痛宁滴眼液中黄芩甙含量,可有效地排除样品中其他成分的干扰。样品液无需较多的前处理,可直接进行液相色谱分析,因而简便、快速。研究结果表明:本法精密度、重复性、回收率试验结果均符合新药审批对质量标准方法学的要求。

参考文献

1 陈定一,周原,谢文. 高效液相色谱法测定清开灵注射液中绿原酸和黄芩甙的含量. 中成药 1992; 14(6):11 (收稿:1998-01-26)



附图 黄芩甙 HPLC 色谱图

A 缺黄芩的阴性空白
B 黄芩甙对照品 C 炎痛宁供试品