

HPLC 法测定茵山莲颗粒剂中野黄芩苷含量

方晓明*, 曹爱民, 孟宪生
(辽宁中医药大学, 辽宁 沈阳 110032)

[摘要] 目的: 建立茵山莲颗粒剂含量测定方法。方法: 采用液相色谱法对茵山莲颗粒剂中野黄芩苷含量加以测定。以 shim-pak clc-ODS(4.6 mm × 150 mm, 5 μm) 为色谱柱, 以甲醇-0.025 mol·L⁻¹ 磷酸水(37:63) 为流动相, 检测波长为 335 nm。结果: 野黄芩苷对照品进样量在(0.1216~0.608) μg 范围内线性关系良好, 方法的回收率为 97.38% (n=5), RSD=1.7%。结论: 该试验含量测定方法快速, 准确, 方法的稳定性, 重复性良好。可用于茵山莲颗粒剂的质量控制。

[关键词] 茵山莲颗粒剂; 野黄芩苷; 液相色谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)04-0028-02

茵山莲颗粒剂由茵陈, 栀子, 半枝莲等 10 余味中药经提取加工制成。具有清热解毒, 利湿之功效。半枝莲为方中君药, 主要含有野黄芩苷等活性成分。为控制其质量, 本文采用液相色谱法对制剂中野黄芩苷含量加以测定, 方法与结果如下:

1 仪器与试剂

仪器: 日本岛津 LC-6A 液相色谱仪, 中北工作站, Sp1-6AX 紫外可见检测器。试剂: 甲醇 色谱纯(天津科密欧公司); 野黄芩苷对照品由中国药品生物制品检验所提供, 野黄芩苷批号(821-200104)。样品由沈阳中药厂提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 以 shim-pak clc-ODS(4.6 mm × 150 mm, 5 μm) 为色谱柱, 以甲醇-0.025 mol·L⁻¹ 磷酸水(37:63) 为流动相, 检测波长为 335 nm。理论塔板数按野黄芩苷色谱峰计算不得低于 5 000。

2.2 对照品溶液制备 精密称取野黄芩苷对照品

12.16 mg, 置 200 mL 量瓶中, 加甲醇溶解制成每 1 mL 含 0.060 8 mg 的溶液。

2.3 供试品溶液制备 取本品研细, 取粉末 0.5 g, 精密称定, 精密加甲醇 25 mL, 称重, 超声处理 30 min, (功率 360 W, 频率 35 kHz), 放冷。称重, 加甲醇补足减失重量, 滤过。滤液经微孔滤膜(0.45 μm) 滤过, 续滤液备用。

2.4 阴性液制备及干扰试验 按处方取去除半枝莲外的其他药材, 按样品工艺同法制备, 再按供试品溶液制备方法同法操作, 制成阴性液。精密吸取对照品溶液, 供试品溶液, 阴性液各 10 μL, 注入液相色谱仪中, 按前述色谱条件进样分析, 绘制色谱峰, 测定结果提示: 供试品色谱中, 与对照品色谱相同位置上, 具有相同保留时间的色谱峰, 阴性液无干扰。见图 1, 2, 3。

2.5 线性关系 精密吸取对照品溶液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 μL, 注入液相色谱仪中, 按前述色谱条件测定, 以色谱峰面积为纵坐标, 以进样量为横坐标, 绘制标准曲线。经回归处理: $Y = 5.06 \times 10^6 X + 2.02 \times 10^5$, $r = 0.995$, 野黄芩苷对照品进样量在 0.121 6~0.608 μg 范围内线性关系良好。

[收稿日期] 2008-10-21

[通讯作者] * 方晓明, Tel: (024) 31207187; E-mail: qingqing1981@vip.com

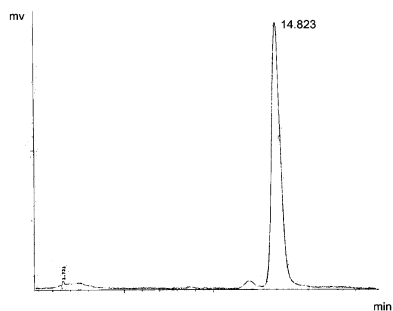


图 1 对照品 HPLC 图谱

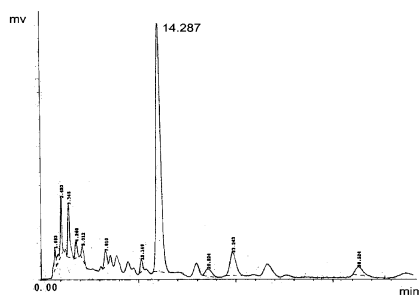


图 2 供试品 HPLC 图谱

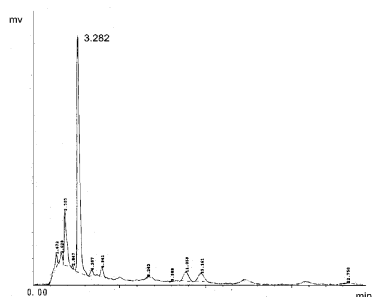


图 3 阴性液 HPLC 图谱

2.6 精密度试验 精密量取供试品溶液 5 μL , 连续进样 5 次, 在上述色谱条件下, 测定色谱峰面积, 测定结果的色谱峰面积 RSD 为 2.17%。符合有关规定, 仪器精密度试验良好。

2.7 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 5 μL , 按前述色谱条件进样分析, 测定时间为 0, 2, 4, 6, 8 h, 测定色谱峰面积, 结果显示供试品溶液 8 h 内稳定, RSD= 1.8%。

2.8 重复性试验 取同一批次样品 5 份, 研细, 分别取样品粉末 0.5 g, 精密称定, 按供试品溶液制备方法操作。按前述色谱条件进样分析, 测定结果,

样品中野黄芩苷含量为 3.696 mg ($n = 5$), RSD 为 2.84%。

2.9 回收率试验 采用加样回收法。精密吸取已知含量的样品粉末 5 份 (每份 0.25 g), 分别精密加入野黄芩苷对照品 ($0.1966 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 5.00 mL, 按供试品溶液制备方法操作, 测定结果表 1。

2.10 样品测定 按已确定方法测定 3 批样品含量, 测定结果见表 2。

表 1 回收率试验测定结果

| 实验号 | 取样量 (g) | 样品含量 (mg) | 加入量 (mg) | 测定总量 (mg) | 回收率 (%) | 加样回收率 (%) | RSD (%) |
|-----|---------|-----------|----------|-----------|---------|-----------|---------|
| 1 | 0.2639 | 0.9754 | 0.983 | 1.947 | 98.8 | | |
| 2 | 0.2502 | 0.9247 | 0.983 | 1.879 | 97.1 | | |
| 3 | 0.2597 | 0.9598 | 0.983 | 1.907 | 96.4 | 97.38 | 1.7 |
| 4 | 0.2770 | 1.0238 | 0.983 | 1.961 | 95.3 | | |
| 5 | 0.2608 | 0.9609 | 0.983 | 1.937 | 99.3 | | |

表 2 样品中野黄芩苷含量测定结果

| 序号 | 样品含量 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ($n = 2$) |
|----|--|
| 1 | 3.712 |
| 2 | 3.597 |
| 3 | 3.638 |

3 讨论

实验先后采用甲醇-0.025 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 磷酸 (50:50), 甲醇-0.025 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 磷酸 (37:63) 系统性试验, 在系统 2 条件下, 野黄芩苷色谱峰对称, 与相邻组分分离度良好, 达到基线分离。

在供试品溶液制备考察中, 曾先后采用超声处理法、热回流法制备供试液, 试验结果提示, 超声处理方法简便, 便于生产的快速检验, 故采用此方法。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 [S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005: 100.
- [2] 易小兰, 尹伟. HPLC 测定益脉康散片中野黄芩苷的含量 [J]. 中成药, 2006, 28(4): 587-588.
- [3] 陈刚, 毕宇安, 徐连明. 抗癌平胶囊中野黄芩苷含量的 HPLC 研究 [J]. 黑龙江医药, 2006, 19(1): 10-13.