

• 基层园地 •

HPLC 测定双黄连口服液中黄芩苷的含量测定

赵玉佳^{1*}, 孟祥丽², 鞠宝玲¹

(1. 黑龙江省牡丹江医学院, 黑龙江 牡丹江 157011; 2. 黑龙江省牡丹江医学院红旗医院, 黑龙江 牡丹江 157011)

双黄连口服液具有清热解毒的功效, 用于治疗流感、上呼吸道感染及各种发热疾病, 由金银花、黄芩、连翘等组成, 黄芩苷是其主要有效成分。中国药典 2005 年版^[1]采用 HPLC 法测定黄芩苷含量作为控制制剂质量的指标。笔者在原有检测基础上通过改变流动相比例, 结果分离效果好, 重复性好, 可用于本制剂的质量控制。

1 仪器与试剂

日本 shimadzu 10 高效液相色谱仪; 甲醇为色谱纯, 冰醋酸为分析纯, 水为去离子水, 黄芩苷对照品由中国药品生物制品检定所提供(批号 0715200010); 双黄连口服液由苏州长征欣凯制药有限公司提供(批号 20070828、20071028、20071128)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Nucleosil C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-冰醋酸-水(45:0.2:55); 检测波长为 274 nm; 柱温为 32℃, 流速 0.8 mL·min⁻¹; 理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 4 500。

2.2 对照品溶液及样品溶液的制备 精密称取在 60℃减压干燥 4 h 的黄芩苷对照品取 2.5 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇水溶液稀释至刻度, 摇匀, 即得。取双黄连口服液, 精密量取 10 mL, 放置于 50 mL 容量瓶中, 精密加入 5% 甲醇适量, 超声提取 20 min。加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm 滤膜过滤, 精密吸取滤液 5.0 mL 置 50 mL 量瓶中, 作为供试品。

2.3 标准曲线的绘制 精密量取对照品溶液 30 mL 置 50 mL 量瓶中, 用 50% 的甲醇水溶液稀释至刻度, 作为贮备液, 分别精密吸取贮备液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0 mL, 分别置于 10 mL 量瓶中, 用 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀后进行测定, 按峰面积积分对浓度进行线性回归计算, 得标准曲线回归方程为 $Y = 2.4 \times 10^3 X + 1.6 \times 10^6$, $r = 0.999$ 。结果表明: 黄芩

苷在 0.0245~0.245 μg 之间, 进样量与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 精密度实验 取黄芩苷溶液对照品, 重复进样 5 次, 测得峰面积积分值 PSD=0.97%。

2.5 重复性试验 取批号为 980828 的样品, 分别按样品制备项下方法操作, 制备样品溶液 5 份, 进行测定。黄芩苷含量的 PSD=1.83%。

2.6 稳定性试验 取对照组溶液 10 μL, 每隔 2 h 进样 10 μL; 进样 5 次, 黄芩苷峰面积 PSD=1.86%。

2.7 加样回收率试验 取已知黄芩苷含量的双黄连口服液精密量取 2 mL, 置于 50 mL 量瓶中, 加入 50% 甲醇适量, 再以 0.45 μm 滤膜过滤, 收集续滤液。分别精密吸取续滤液 5.0 mL, 置于 50 mL 量瓶中, 再分别加入对照溶液 1.0, 2.0, 3.0 mL, 用 50% 甲醇水溶液稀释到刻度。照样品测定项下测定。结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

序号	样品量 (μg)	加入量 (μg)	测得值 (μg)	回收率 (%)
1	3 902	989.6	4 866.2	97.43
2	3 903	989.4	4 861.4	96.86
3	3 905	1 979.2	5 842.5	98.89
4	3 907	1 979.2	5 838.2	97.57
5	3 901	2 968.2	6 845.9	99.21
6	3 904	2 968.2	6 837.8	98.84

注: 平均回收率, 黄芩苷=97.97%; RSD=0.9%

2.8 样品测定 按样品溶液制备项下方法制备样品溶液, 取 10 μL 注入高效液相色谱仪, 记录色谱峰面积, 外标法计算, 结果 3 批样品中黄芩苷的含量为 0.17、0.20、0.18 g/支 ($n=3$)。

3 讨论

该文对黄芩苷的紫外吸收光谱进行了扫描, 结果显示黄芩苷在 274 nm 处吸收峰灵敏度较高, 色谱峰最为理想, 故确定其最大吸收波长为 274 nm, 与《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 11 册中“双黄连注射液项下”一致。

改进后的 HPLC 法测定双黄连口服液中黄芩苷含量, 具有方法简便, 专属性强等优点, 可作为双黄连口服的质量标准检测方法, 并能确保产品质量。

[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: 405-406.

[收稿日期] 2008-12-29

[通讯作者] * 赵玉佳, Tel: 13945345205