

高效液相色谱法测定清肝胶囊中虎杖苷的含量

毕晓黎*, 孙冬梅, 罗文汇

(广东省中医研究所, 广东 广州 510095)

[摘要] 目的: 采用反相高效液相色谱法(HPLC)测定清肝胶囊中虎杖苷的含量。方法: 以乙腈-水(22: 78)为流动相, KromasilC₁₈柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm)为固定相, 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长为 306 nm。结果: 虎杖苷在(0.098~ 0.490) μg 范围内呈线性关系, 回收率为 98.39%, RSD 为 0.73%。结论: 该方法简单, 灵敏度高, 可用于清肝胶囊中虎杖苷的含量检测。

[关键词] 清肝胶囊; 高效液相色谱法; 虎杖苷

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2008)07-0010-02

清肝胶囊主要由虎杖、黄连等多味药物组成, 具有清热利湿的作用。制剂中成分较复杂, 本文采用

高效液相色谱法测定该制剂中虎杖苷的含量, 探讨该方的质量控制方法。

1 仪器与试剂

Agilent1100 高效液相色谱仪, DAD 检测器, 四元梯度泵, G2170AA 数据处理系统, Satorius BP211D 电子分析天平。

[收稿日期] 2007-11-08

[通讯作者] * 毕晓黎, Tel: (020) 83501292; E-mail: bx11130@yahoo.com.cn

试药 乙腈为色谱纯试剂(一级),水为双蒸水,其他试剂均为分析纯。虎杖苷对照品购于中国药品生物制品检定所,批号:111575-200301,清肝胶囊及其空白制剂由广东省中医研究所自制,批号:070501,070502,070503。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:Kromasil C₁₈柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水(22:78);检测波长:306 nm;流速:1.0 mL·min⁻¹;柱温:30 °C。

2.2 对照品溶液及供试品溶液的制备 精密称取以五氧化二磷为干燥剂减压干燥 24 h 的虎杖苷对照品适量,加稀乙醇制成每 1 mL 含虎杖苷分别为 9.8, 19.6, 29.4, 39.2, 49.0 μg 的溶液,作为对照品溶液;胶囊内容物研细,取约 0.2 g,精密称定,置 100 mL 锥形瓶中,精密加入稀乙醇 25 mL,密塞,称定重量,置水浴加热回流 30 min,冷却至室温,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10 mL,置 25 mL 量瓶中,加稀乙醇稀释至刻度,摇匀,即得供试品溶液^[1]。

2.3 线性范围的考查 分别精密吸取不同浓度虎杖苷对照品溶液(每 1 mL 中含虎杖苷分别为 9.8, 19.6, 29.4, 39.2, 49.0 μg) 10 μL,按上述色谱条件测定峰面积,并以峰面积(Y)对虎杖苷含量(X)进行回

归,得标准曲线 $Y = 20.43X + 3.07 \times 10^3$, $r = 0.9999$ 。表明虎杖苷在(0.098~0.490) μg 范围内呈线性关系。

2.4 精密度试验 精密吸取对照品溶液(19.6 μg·mL⁻¹) 10 μL 分别进样 6 次,测得峰面积积分值 RSD 为 0.29% (n=6)。

2.5 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 10 μL 分别于 0, 1, 2, 4, 6, 8 h 进样,测定峰面积,结果 RSD 为 1.08% (n=6),表明供试品在 8 h 内稳定。

2.6 重复性试验 取同一样品(批号:070501) 6 份,分别精密称定,按上述供试品溶液制备方法和色谱条件测定,计算含量,RSD 为 1.33%。

2.7 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品,分别精密加入一定量的虎杖苷对照品,按供试品溶液制备方法和色谱条件测定,测得平均回收率为 98.39%,RSD 为 0.73% (n=6)。结果见表 1。

2.8 空白干扰试验 取空白制剂按供试品溶液制备方法制备阴性对照溶液。分别取对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 10 μL 进样,记录色谱图。从图中可见,虎杖苷色谱峰峰形对称,供试品色谱图中虎杖苷峰能与其它成分很好地分离,阴性对照溶液在虎杖苷峰处基本无干扰。结果见图 1。

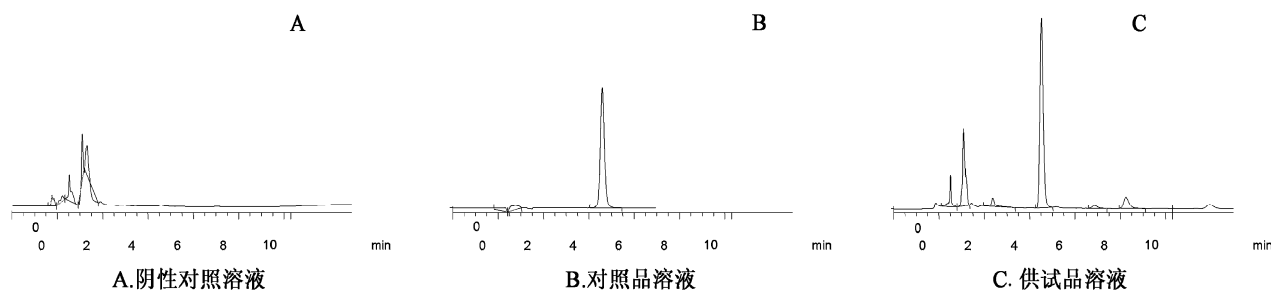


图 1 虎杖苷色谱图

表 1 虎杖苷回收率测定结果

样重 (g)	样品中的量 (mg)	加入量 (mg)	检出量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
0.1009	1.914	2.000	3.895	99.1	98.4	0.73
0.1017	1.929	2.000	3.877	97.4		
0.1055	2.001	2.000	3.975	98.7		
0.1031	1.956	2.000	3.922	98.3		
0.1094	2.075	2.000	4.060	99.2		
0.1026	1.946	2.000	3.902	97.8		

2.9 样品含量测定 分别对 3 批样品按上述含量测定方法进行测定,计算含量。结果其虎杖苷含量分别为 18.9, 18.0, 19.4 mg·g⁻¹。

3 小结

本制剂成分较为复杂,虎杖为方中君药。有文献报道^[2]虎杖中的虎杖苷具有保肝和抗菌的作用,具有明显的药理活性。因此,本文采用高效液相色谱法测定制剂中虎杖苷的含量,结果表明方法简单、灵敏度高、重现性好、结果准确,可用于本制剂的质量控制。

[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: 145.
 [2] 白杨, 潘隽丽, 苏薇薇. 白藜芦醇与白藜芦醇甙的研究进展[J]. 中药材, 2004, 27(1): 56.