

反相高效液相法测定茵黄口服液中栀子苷的含量

谢秀娟^{1*}, 郭洛宏², 姚佳³, 曹晨³

(1. 河南科技大学第一附属医院, 河南 洛阳 417003; 2. 洛阳市药品检验所, 河南 洛阳 471003;
3. 河南大学药学院, 河南 开封 475001)

[摘要] 目的: 建立茵黄口服液中栀子苷的含量测定方法。方法: 用反相高效液相色谱法测定了制剂中栀子苷的含量。固定相为 Kromasil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 以乙腈-水(13: 87)为流动相, 检测波长 241 nm。结果: 栀子苷在(0.0816~0.408 μg)内呈良好的线性关系。栀子苷的平均回收率为 98.41% (n=6), RSD 为 0.43%。结论: 该方法简便、准确、重复性好。可用于茵黄口服液中栀子苷的含量测定。

[关键词] 茵黄口服液; 栀子苷; 反相高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2008)04-0012-02

茵黄口服液为河南科技大学第一附属医院制剂, 该制剂以茵陈为主药, 加配黄芩、栀子、甘草、大黄、白茅根组成, 具有保肝健脾、清热利胆、除湿解毒的功效。临床上用于病毒性肝炎及小儿急性肝病性黄疸。取得了较好的疗效, 为有效控制其制剂质量, 在原建立的质量标准基础上^[1]进一步对制剂中栀子所含的栀子苷的含量测定方法进行了研究, 结果表明本反相高效液相法测定方法简便、快捷、准确。

1 仪器与材料

Waters alliance 2695 高效液相色谱仪, Waters 2995E 二极管阵列检测器, Empower 色谱工作站; 茵黄口服液(河南科技大学第一附属医院提供, 批号: 041010, 041011, 041012), 阴性对照品自制。栀子苷对照品(由中国药品生物制品检定所提供, 批号: 0749-9605)。乙腈、甲醇为色谱纯, 其他试剂试药均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为 Kromasil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 乙腈-水(13: 87)为流动相; 检测波长 241 nm, 流速 1 mL·min⁻¹; 柱温 35 °C。

2.2 供试品溶液的制备 精密吸取茵黄口服液 2 mL, 置 100 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤即得。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取栀子苷对照品约 5.1 mg 置 25 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 备用, 制成每 1 mL 含 204 μg 的溶液, 即得。

2.4 阴性对照溶液的制备 取按处方比例及生产工艺制备的不含栀子原药材的茵黄口服液, 按供试品溶液的制备, 同法操作即得。

2.5 检测波长的确定 应用二极管阵列检测器和色谱工作站测得供试品中栀子苷色谱峰与栀子苷对照品色谱峰的吸收光谱, 选定最大吸收波长 241 nm 为测定波长。

2.6 选择性实验 吸取栀子苷对照品溶液, 供试品溶液及阴性对照液各 20 μL, 分别注入色谱仪。结果表明, 以 241 nm 为检测波长, 供试品在栀子苷对照品相应位置上有相似的吸收峰, 而阴性对照溶液在与对照品溶液相应的位置上则无吸收峰, 说明其他药味不干扰栀子苷的检测。

2.7 标准曲线的制备 精密吸取栀子苷对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 mL 分别置于 25 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 按上述色谱条件, 进样 10 μL, 以进样的对照品溶液浓度 C(mg·mL⁻¹) 为横坐标与峰面积积分为纵坐标进行线性回归, 回归方程为 $y = 6.7153 \times 10^5 + 1.6861 \times 10^7 x$ ($r = 0.9999$), 栀子苷对照品在(0.0816~0.408) μg 范围内线性良好。

2.8 精密度试验 精密吸取栀子苷对照品溶液 10 μL, 重复进样 5 次, 测定峰面积积分值, 对照品峰面积积分值的 RSD 为 0.18%, 说明仪器性能良好。

2.9 稳定性试验 取同一供试品溶液, 分别在 0, 4,

[收稿日期] 2007-09-24

[通讯作者] * 谢秀娟, Tel: (0379) 64830211; E-mail: Moyn63@yahoo.com.cn

8, 16, 24 h 进样测定, 供试品栀子苷峰面积积分值的 RSD 为 0.17%, 说明栀子苷至少在 24h 内稳定。

2.10 重复性试验 同一批号样品分别取样 5 份, 照 2.2.2 项下方法操作, 测定, 计算含量。平均含量为 $1.06377(\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1})$, RSD 为 1.10%。

2.11 回收率试验 精密量取已知含量的样品, 分别精密加入 0.8 倍、1 倍、1.2 倍量的栀子苷对照品, 按供试品制备所述方法进行提取测定, 计算回收率 (见表 1)。结果表明平均回收率为 98.41%, RSD 为 0.43%。

表 1 栀子苷加样回收率结果

样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
1.06377	0.850 1	1.877 7	98.11
	0.849 7	1.886 1	98.57
	0.852 1	1.871 0	97.66
	1.067 3	2.103 8	98.72
	1.059 4	2.082 8	98.10
	1.060 2	2.104 9	99.10
	1.280 1	2.304 3	98.30
	1.275 5	2.306 5	98.60
	1.277 2	2.296 5	98.10

2.12 样品测定 取样品 3 批, 依法测定含量, 结果分别为 1.074, 1.049, 1.064($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)。

3 讨论

茵黄口服液为复方制剂, 成分复杂, 采用 HPLC 不经分离, 直接测定其中栀子苷的含量, 方法简便快速, 经精密度实验, 认为结果可靠。

比较了多种流动相, 认为乙腈-水(13:87)最佳, 能排除干扰, 使样品中的栀子苷分离度好, 峰形尖锐不拖尾。

[参考文献]

- [1] 谢秀娟, 郭洛宏, 曹辰, 等. 茵黄口服液质量标准的研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2006, 12(9): 17-19.
- [2] 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, 2000. 339-442.
- [3] 赵志军. 肝炎净注射液质量标准的研究[J]. 中国现代应用药学杂志, 2004, 21(4): 144-145.
- [4] 黄雪梅, 蒙大平. RP-HPLC 测定龙胆泻肝口服液中栀子苷的含量[J]. 中成药, 2001, 23(7): 489.
- [5] 李慧超, 李敬伟, 王艳萍等. RP-HPLC 测定蒙药洪林五味汤散中栀子苷的含量[J]. 中国药事, 2003, 17(5): 302.