

高效液相色谱法测定复方黄芩消炎片中黄芩苷的含量

王厚伟*, 高德民, 田景振

(山东中医药大学药学院, 山东 济南 250014)

[摘要] 目的: 建立用高效液相色谱法测定复方黄芩消炎片中黄芩苷含量的方法。方法: 采用 Lichrospher 色谱柱(C_{18} 5 μ m, 4.60 mm \times 250 mm), 以甲醇-水-磷酸(47: 53: 0.20)为流动相, 流速为 1.00 mL \cdot min $^{-1}$, 检测波长为 280 nm。结果: 黄芩苷的线性范围为(0.40~ 2.41) μ g ($r = 0.9999$), 平均回收率($n = 5$)为 97.19% (RSD= 2.00%)。结论: 方法准确、可靠、重复性好。

[关键词] 高效液相色谱; 复方黄芩消炎片; 黄芩苷

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)04-00013-03

Determination of Content of Baicalin in Fufang Huangqin Anti-inflammatory Tablet by HPLC

WANG Hou-wei*, GAO De-min, TIAN Jing-zhen

(School of Pharmacy of Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Shandong, Jinan 250014, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for determining baicalin in Fufang Huangqin Anti-inflammatory Tablet by HPLC. **Methods:** Lichrospher C_{18} (4.60 mm \times 250 mm, 5 μ m) was used, the methanol-water-phosphoric acid (47: 53: 0.20) was served as mobile phase, and its flow rate was 1.0 mL/min, wavelength for determining was 280 nm. **Results:** The linearity range was 0.40~ 2.40 ($r = 0.9999$). The average recovery was 97.19%, RSD = 2.00. **Conclusion:** This method is simple, highly sensitive, and accurate. It may be used for the quantitative determination of Fufang Huangqin Anti-inflammatory Tablet.

[Key words] HPLC; Fufang Huangqin Anti-inflammatory Tablet; baicalin

复方黄芩消炎片是山东中医药大学药厂在《中华人民共和国卫生部药品标准》收录的炎可宁片的基础上研发的一种成药产品, 是由黄柏、大黄、黄芩、板蓝根、黄连等多味中药制成的复方制剂, 具有清热泻火, 消炎止痛的功效。方中黄芩为君药, 黄芩苷为其主要活性成分^[1]。本实验采用 HPLC 法对复方黄芩消炎片中黄芩苷的含量进行了测定。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10ATvp 高效液相色谱仪, Agilent 8453 紫外分光光度仪; 对照品黄芩苷(批号: 110715-200512)由中国药品生物制品检定所提供, 甲醇为色

谱纯, 其他试剂均为分析纯; 复方黄芩消炎片 3 批样品由山东中医药大学药厂提供(批号: 20051102、20051106、20051110); 对照样品为市售同类产品(批号 20050702); 阴性对照样品(批号 20050702, 按处方药味除去被测药材的活性成分, 其余药味按照成药的生产工艺制备的模拟样品), 由吉林修正药业集团股份有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Lichrospher 柱(C_{18} 5 μ m, 4.60 mm \times 250 mm); 流动相: 甲醇-水-磷酸(47: 53: 0.20), 流速 1.0 mL/min; 检测波长: 280 nm。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取黄芩苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 60 μ g 的溶液, 即得黄芩苷对照品溶液。

[收稿日期] 2006-07-12

[通讯作者] * 王厚伟, Tel: 13791138419; E-mail: houweiw@163.com

2.3 供试品溶液的制备 取本品 10 片, 除去薄膜衣, 研细, 精密称取 1 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 乙醇 40 mL, 密塞, 称定重量, 超声处理 30 min, 放冷, 补足减失的重量, 滤过, 精密量取 1 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得供试品溶液。

2.4 阴性对照溶液制备 取阴性对照样品细粉 1 g, 按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。

2.5 阴性干扰实验 将配制好的对照品、供试品及阴性对照品溶液按上述色谱条件分别进样 20 μ L, 结果表明(图 1, 2, 3): 在与黄芩苷对照品相应的位置上(23.96 min) 无干扰峰出现, 说明处方中其它药味对测定结果无影响。

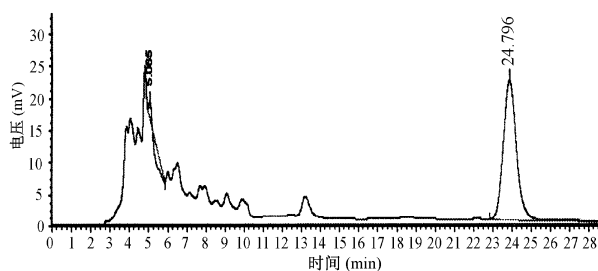


图 1 供试样品溶液 HPLC 图谱

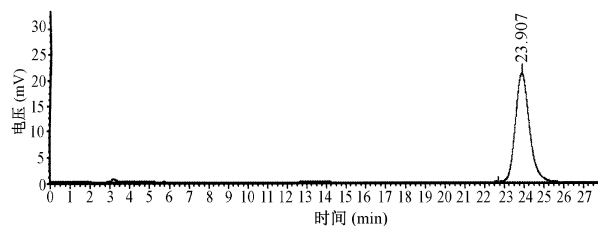


图 2 黄芩苷对照品 HPLC 图谱

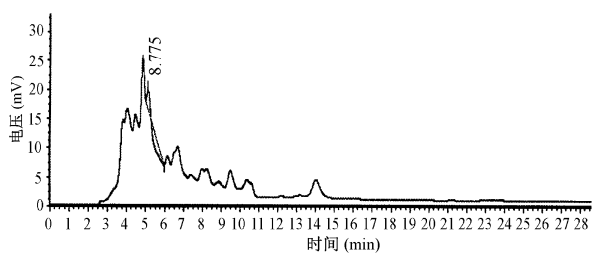


图 3 阴性样品供试液 HPLC 图谱

2.6 线性关系的考察 精密称取黄芩苷对照品 6.03 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇适量溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成黄芩苷标准母液。分别精密吸取适量母液, 用甲醇溶液稀释成不同浓度的标准液。分别精密吸取上述不同浓度的标准溶液各 20 μ L, 按上述色谱条件进样分析, 以峰面积积分为纵坐标, 黄芩苷进样量为横坐标绘制标准曲线, 其回归方程为 $Y = 1762.072.20X - 4711.70 (r = 0.9999)$, 黄芩苷的进样量在 0.40~ 2.41 μ g 范围内, 与峰面积积分值

呈良好的线性关系。

2.7 精密度考察 精密吸取对照品溶液和供试样品(批号 20051102) 溶液各 20 μ L, 注入色谱仪, 重复测定 5 次。对照品峰面积的 RSD= 0.93% ($n = 5$); 供试品黄芩苷峰面积的 RSD= 2.07% ($n = 5$), 表明精密度良好。

2.8 稳定性实验 精密吸取对照品溶液和供试品(批号: 20051102) 溶液各 20 μ L, 注入液相色谱仪, 测定。在 48 h 内每间隔一定时间测定 1 次, 共测定 5 次, 对照品峰面积的 RSD= 0.95% ($n = 5$), 供试品中黄芩苷峰面积的 RSD= 2.01% ($n = 5$), 表明数据测定结果稳定。

2.9 重复性实验 精密称取本品 5 份(批号 20051102), 依法制备供试品溶液, 进行测定, 计算黄芩苷含量的平均值为 5.29 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 为 1.89%, 表明本方法重复性良好。

2.10 回收率实验 采用加样回收法实验。取已知黄芩苷含量的本品(批号: 20051102, 含黄芩苷 5.29 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 0.50 g, 精密称定, 共取 6 份, 分别准确加入黄芩苷对照品, 依法制备成供试品溶液, 并按含量测定方法进行测定, 计算回收率。由表 1 可见, 6 次平均回收率为 97.19%, RSD 为 2.00%, 表明该测定方法回收率高, 结果准确。

表 1 回收率实验结果

样品 (g)	样品黄芩苷含量(mg)	黄芩苷加入量(mg)	黄芩苷测得量(mg)	回收率 (%)	\bar{X}	RSD (%)
0.52	2.70	2.50	5.15	99.04	97.19	2.00
0.50	2.65	2.50	5.04	97.86		
0.50	2.65	2.50	4.90	95.15		
0.50	2.66	2.50	5.06	98.06		
0.51	2.68	2.50	5.11	98.65		
0.50	2.65	2.50	4.86	94.37		

2.11 供试样品含量测定 依法制备各供试样品溶液(山东中医药大学药厂样品批号: 20051102、20051106 20051110; 市售同类产品(批号: 20050702)。按上述色谱条件下, 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 20 μ L, 注入液相色谱仪, 测定, 平均含量分别为 5.29%, 5.30%, 5.30%, 5.16% ($n = 3$)。

3 讨论

复方黄芩消炎片为复方制剂, 方中君药黄芩的活性成分黄芩苷是抗炎的主要药效物质, 而且含量高, 以其作为含量测定项下的指标成分, 能够准确的

反映本品的质量,因此,可以选择黄芩苷作为本品的定量分析成分。应用 HPLC 法测定本品中黄芩苷含量,方法简便,测得结果准确,重复性好,能够有效的控制本品的质量,因此,HPLC 法可作为复方黄芩消炎片的含量测定项下的定量分析方法。

[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. 211.