

高效液相色谱法测定复方参茸片中黄芩苷的含量

李丽贤*, 徐桂云
(吉林省中医院, 吉林 长春 130021)

[摘要] 目的: 建立测定复方参茸片中有效成分的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法对复方参茸片中黄芩苷进行含量测定。结果: 黄芩苷在0.135 2~ 0.676 0 mg范围内呈良好的线性关系, 平均回收率为97.41%。结论: 本含量测定法具有一定的准确性与稳定性, 简便可行。适用于复方参茸片中黄芩苷的含量测定。

[关键词] 高效液相色谱法; 复方参茸片; 黄芩苷

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2007)07-0011-02

复方参茸片是由人参、熟地、当归、黄芪、羚羊角等18味中药组成的中药复方制剂。有滋补肝肾、益气明目的功效, 用于昏眇内障、视力减退、视物不清、迎风流泪等症状。本试验采用高效液相色谱法测定复方参茸片中黄芩苷的含量, 有利于控制该产品的质量。

1 试验材料

1.1 仪器 LG-2010A型高效液相色谱仪(日本岛津), SPD-10AVP紫外测器。UV-3000型紫外分光光度仪(日本岛津)。

1.2 试剂与样品 甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。黄芩苷对照品: 由中国药品生物制品检定所提供(批号: 110715-200212, 供含量测定用)。复方参茸片(批号: 060104、060105、060106、060107)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 甲醇-0.2%磷酸溶液(44.5:55.5)为流动相; 检测波长为280 nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2500。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取在60℃减压干燥4h的黄芩苷对照品约10 mg, 精密称定为8.45 mg, 置25 mL量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 再精密量取5 mL, 置50 mL量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品20片, 除去包衣,

研细, 取约0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中。精密加75%甲醇50 mL, 称定重量, 超声处理(功率100 W, 频率40 KHz)45 min, 用75%甲醇补足减失的重量, 摇匀, 过滤, 取续滤液即得。

2.4 线性关系的考察 分别精密吸取上述对照品4, 8, 12, 16, 20 μL, 分别注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分值为纵坐标, 以进样量为横坐标, 绘制标准曲线, 结果回归方程: $Y = 1986758.876X + 17560.000$, $r = 0.9999$; 线性范围: 0.135 2~ 0.676 0 mg。

2.5 空白试验 缺黄芩的阴性制剂样品制成样品, 按照供试品溶液制备方法制成空白溶液。取一定量的对照品、供试品及空白溶液以280 nm波长测定, 结果对照品及供试品溶液在相应的保留时间处有吸收峰, 而空白溶液无吸收峰, 说明空白溶液无干扰。

2.6 精密度试验 精密吸取对照品溶液10 μL, 连续进样5次, 结果表明, RSD%精密度较好。

2.7 稳定性考察 取样品溶液, 依法测定, 相隔一定时间进样1次, RSD%为0.41%, 表明对照品在供试品溶液中24 h内稳定。

2.8 重复性试验 取样品5份, 分别制成供试品溶液, 依法测定, RSD为1.58%, 表明本方法重复性良好。

2.9 回收率试验 取已知含量的样品适量, 除去包衣, 研细, 取约0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入75%甲醇mL, 精密加入黄芩苷对照品溶液20 mL(浓度为0.513 4 mL), 摇匀, 依法测定, 结果见表1。

[收稿日期] 2006-11-14

[通讯作者] * 李丽贤, Tel: (0431) 86178084

表 1 黄芩苷加样回收率试验结果

取样量 (g)	样品中 含量(mg)	对照品加 入量(mg)	测得值 (mg)	回收率 (%)	RSD (%)
0.270 2	1.125 7	1.026 8	2.101 5	95.04	
0.264 1	1.100 2	1.026 8	2.089 3	96.33	
0.254 3	1.059 4	1.026 8	2.085 9	99.97	1.29
0.257 2	1.071 5	1.026 8	2.086 7	98.87	
0.263 2	1.096 5	1.026 8	2.091 0	96.85	

平均回收率为 97.41%，结果表明，方法可行。

2.10 样品测定 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 mL，注入色谱仪，依法测定 3 批样品，黄芩苷含量分别为 1.249, 1.346, 1.314 mg/片。

3 讨论

本品是由 18 味中药组成的复方制剂，成分复杂。因方中黄芩苷含量高，方法成熟，有对照品，所以在复方参苓片制剂中选择了黄芩苷为定量指标，以控制该产品的质量。

黄芩苷为黄酮苷，根据其溶解性，分别选择了甲

醇 75% 甲醇及 50% 甲醇提取，提取方法采用回流法及超声提取，结果回流法由于加热提取，故杂质含量较超声法多，故选择超声提取；通过比较 3 种提取溶剂，结果显示 75% 甲醇提取效率较高，故 75% 甲醇作为提取溶剂。

黄芩苷 280 nm 波长处有最大吸收，故在本试验选择 280 nm 波长为测定波长。参考文献资料，曾以甲醇-水(40: 60)、甲醇-0.5% 磷酸溶液(40: 60)及甲醇-0.2% 磷酸溶液(44.5: 55.5)为流动相，结果以甲醇-0.2% 磷酸溶液(44.5: 55.5)为流动相，供试品溶液中的黄芩苷才能与相邻峰分开，根据计算结果理论板数按黄芩苷峰计算应不少于 2 500。

[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. 附录 VID.