

高效液相法测定咽炎含片中黄芩苷的含量

杜安全*, 周正华

(安徽省医学科学研究所, 安徽 合肥 230061)

[摘要] 目的: 用高效液相法测定咽炎含片中黄芩苷的含量。方法: 采用 Hypersil C18 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇-0.4% 磷酸(46: 54), 检测波长 280 nm。结果: 平均加样回收率为 98.9%, RSD= 0.93%。结论: 方法简便、快速、灵敏、专属性强, 数据准确, 为咽炎含片的质量控制提供了科学有效的方法。

[关键词] 咽炎含片; 黄芩苷; 高效液相法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2007)01-0014-02

咽炎含片是由金银花、菊花、黄芩等 12 味中药组成, 具有清热解毒、消炎止痛功效, 可用于急慢性咽炎。为了控制产品质量, 保证临床用药的有效性, 参照中国药典 2000 版一部“黄芩”项下的含量测定方法, 经试验制定了本品的含量测定方法。黄芩苷为黄芩有效成分, 其功效与本制剂基本相符, 采用 HPLC 法测定黄芩苷的含量, 此方法灵敏度高, 操作简便, 结果准确。

1 仪器与试剂

美国 Waters 高效液相色谱仪, UV996 检测器。黄芩苷对照品购自中国药品生物制品检定所, 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其余试剂均为分析纯。咽炎含片由药厂提供(批号: 20040802, 20040803, 20040804)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为十八烷基硅烷键合硅胶柱(4.6 mm × 250 mm), 流动相甲醇-0.4% 磷酸(46: 54), 检测波长为 280 nm, 流速 1.0 mL/min, 柱温 30 °C。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取黄芩苷对照品 1 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加稀乙醇稀释至刻度, 溶解、摇匀即得(每 1 mL 中含黄芩苷 40 μg)。

2.3 供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加稀乙醇 50 mL 密塞, 称定重量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定重量, 用稀乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤

液, 即得供试品溶液。

2.4 阴性样品溶液的制备 取不含黄芩的阴性制剂, 按 2.3 项制备阴性试液, 以上述色谱条件测定。结果阴性试液在黄芩苷保留时间处无色谱峰出现。

2.5 线性关系考察 精密吸取对照品溶液(0.056 92 mg/mL) 2, 4, 6, 8, 10 μL, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件进行测定, 记录峰面积, 结果为 $A = -105 535 + 3 535 791 C$, $r = 0.999 8$; 线性范围: 0.113 8 μg~ 0.569 2 μg。

2.6 精密度试验 取同一对照品溶液, 连续进样 5 次, 每次 10 μL, 测定峰面积, 其相对标准偏差 RSD= 1.39%, 试验表明本实验精密度较好。

2.7 重复性试验 取同一批样品, 分别制备 6 份供试品溶液, 按上述色谱条件测定黄芩苷含量, 其中相对标准偏差 RSD= 1.10%, 实验表明本法重复性较好。

2.8 稳定性试验 取同一份供试品溶液, 分别与 0、4.8、12、24 h 进样 10 μL, 记录色谱峰面积, 结果表明黄芩苷在供试品溶液中 24 h 内稳定, RSD= 1.30%。

2.9 加样回收试验 采用加样回收法, 精密称取已知含量的同一份样品 5 份(平均为 2.62 mg/g), 分别精密加入黄芩苷对照品适量, 振摇, 使充分混匀, 按上述含量测定方法测定黄芩苷含量, 测得黄芩苷平均回收率为 98.9%, RSD= 0.93%, 见表 1。

3 样品测定

3 批样品按上述含量测定方法测定, 结果见表 2。

4 讨论

该片剂用稀乙醇超声处理, 提取效果较好, 若用
(下转第 25 页)

[收稿日期] 2006-06-02

[通讯作者] * 杜安全, Tel: (0551) 2828461; E-mail: duanquan2003@yahoo.com

(上接第 14 页)

表 1 黄芩苷回收率测定结果

取样量 (mg)	加入对照 品量(mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.658 4	0.614 2	1.262 8	98.4		
0.787 8	0.545 5	1.321 8	97.9		
0.782 9	0.576 5	1.356 5	99.5	98.9	0.93
0.826 3	0.583 9	1.411 4	100.2		
0.854 1	0.761 1	1.604 5	98.6		

表 2 样品测定结果($n=2$)

批号	20040802	20040803	20040804
含量(mg/片)	2.62	2.59	2.64

甲醇或高度乙醇提取,则提取率较低。通过不同超声时间选择,发现用 50 mL 稀乙醇 30 min 几乎可以将黄芩苷提取完全。该含量测定方法用于咽炎含片中黄芩苷的测定,柱效高,分离度好,图谱清晰,无干扰,专属性强,结果准确,供试液配制简单,可为本品质量控制提供科学有效的方法。

[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, 2000. 248.