

高效液相法测定芩杏口服液中黄芩苷的含量

袁秀芝¹, 许明旺¹, 陈斌¹, 彭松² (1. 华中科技大学同济医学院附属梨园医院, 湖北 武汉 430077; 2. 湖北中医学院, 湖北 武汉 430061)

摘要:目的 建立芩杏口服液中黄芩苷含量测定方法。方法 用高效液相法测定, 选定 ODS-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 10 μm), 流动相: 甲醇-水-磷酸(42: 58: 0.2), 检测波长: 276 nm。结果 本法简便、灵敏、准确、重现性好, 线性范围 0.20 ~ 1.80 μg (r = 0.9999), 平均回收率 99.66%, RSD = 1.14%。结论 建立的定量方法可用于芩杏口服液质量控制标准。

关键词: 黄芩苷; 高效液相色谱法; 芩杏口服液

中图分类号: R917.101

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2003)01-0051-03

The determination of baicalin in Qinxing oral solution by HPLC

YUAN Xiu-zhi¹, XU Ming-wang¹, CHEN Bin¹, PONG Song² (1. Department of Pharmacology, Liyuan Hospital Affiliated to Tongji Medical College of Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430077, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for quality control of Qinxing oral solution. **METHOD** HPLC, column: ODS-C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 10 μm), mobile phase: methanol-water-phosphoric (42: 58: 0.2), wavelength: 276 nm. **RESULTS** This method is convenient, sensitive and accurate. The linear range was 0.20 ~ 1.80 μg (r = 0.9999) and recovery rate was 95.84%, RSD = 1.01. **CONCLUSION** The method can be used as standard quality control.

KEY WORDS: baicalin; HPLC; Qinxing oral solution

芩杏口服液是以黄芩、鱼腥草、苦杏仁等中药研制而成的复方中药制剂,对各种急慢性支气管炎均有较好疗效。采用 HPLC 法测定口服液中主药之一黄芩中黄芩苷的含量,方法简单,重现性好。

1 仪器与试药

日本岛津 LC-6A HPLC 色谱仪;SPD-6A 紫外可见检测器;SLC-6A 系统控制器;C-R4A 数据处理机;Shimadzu UV-260 紫外分光光度计。黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所);水为二次蒸馏水;其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及系统适应性

中国科学院大连化学物理研究所 ODS 反相色谱柱(4.6 mm×250 mm,10μm);流动相:甲醇-水-磷酸(42:58:0.2)(使用前脱气 10 min);流速:1.0 mL·min⁻¹;纸速:2.0 mm·min⁻¹;柱温:35℃;检测波长:276 nm;灵敏度:0.16 AUFS;

ATTEN:4;理论塔板数大于 3 000。

对照品溶液的制备:精密称取 60℃真空干燥至恒重的黄芩苷对照品 25 mg,置 50 mL 量瓶中,加 50%甲醇溶解稀释至刻度,摇匀,作为储备液。精密吸取储备液 5 mL,至 50 mL 量瓶中,用 50%甲醇稀释至刻度,摇匀,即得 0.05 mg/mL 黄芩苷对照品溶液。

供试品溶液的制备:精密吸取芩杏口服液 1 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,离心 10 min(4000 r/min),精密吸取上清液 1.0 mL 至 10 mL 量瓶中,用 50%甲醇稀释至刻度,摇匀,即得供试品溶液。

按处方比例及生产制备方法,制备不含黄芩的阴性样品,再按供试品溶液的制备方法制备成阴性供试液。在前述色谱条件下,分别取供试品溶液、对照品溶液及阴性供试液各 20 μL 进样,结果见图 1,对照品峰与阴性供试液峰没有重叠。

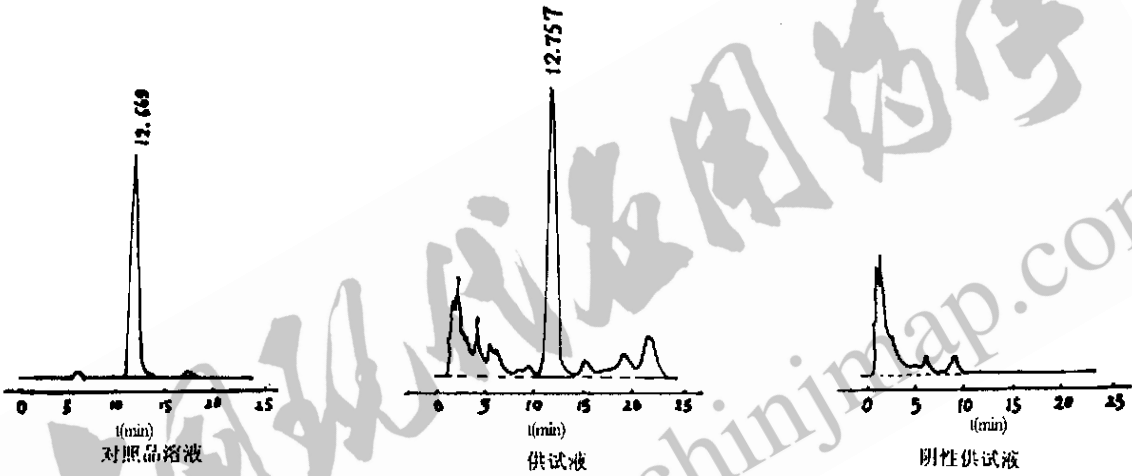


图 1 HPLC 图
Fig 1 HPLC Chromatogram

2.2 黄芩苷检测波长的确定

取黄芩苷对照品溶液在波长 200~400 nm 的范围内作紫外光谱扫描。根据扫描结果确定其检测波长为 276 nm。

2.3 线性关系的考察

精密吸取上述对照品储备液 1.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0 mL 置 50 mL 量瓶中,加 50%甲醇稀释至刻度,摇匀,分别进样 20 μL,测定峰面积。以黄芩苷的进样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐标进行回归处理,求得回归方程为:Y = 251 481.75 X - 6859.95, r = 0.9999, 线性范围 0.20~1.80 μg。

2.4 精密度试验

取同一浓度的对照品溶液重复进样 5 次,测定黄芩苷峰面积并计算其相对标准偏差,测定结果 RSD = 1.37%。

2.5 稳定性实验

取同一供试品溶液,在 0, 3, 6 和 12 h,分别进样 20 μL 测定峰面积。RSD = 0.56%。

2.6 重复性实验

对同一批样品重复取样六次,经处理后按前述色谱条件测定黄芩苷的含量,结果 RSD = 1.87%。

2.7 加样回收率

精密称取对照品适量,加入到已知含量的样品中,以下按供试品溶液项下操作,即得加样溶液,吸取 20 μL 按色谱条件进样测定峰面积,结果见表 1。

表 1 加样回收率实验结果

Tab 1 Experiment for the rate of sample recovery					
已知量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
6.896	4.608	11.401	97.76		
8.556	4.608	13.201	100.80		
7.993	4.608	12.594	99.85	99.66	1.14
8.312	4.608	12.921	100.02		
7.898	4.608	12.500	99.87		

2.8 样品含量测定

精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 20 μL,分别注入液相色谱仪。测定峰面积,计算即得。每批样品各测定 3 次,结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果

Tab 2 Determination for samples of different batch

批号	含量(mg/ mL)			平均含量 (mg/ mL)	RSD(%)
010413	8.774	8.690	8.723	8.729	0.48
010424	8.688	8.704	8.730	8.707	0.24
010506	8.605	8.710	8.621	8.645	0.65

3 讨论

3.1 含量测定所用流动相是在参考有关文献^[1,2]及实验研究的基础上拟定的,其比例为甲醇-水-磷酸(42:58:0.2)。当增大甲醇比例时,可缩短出峰时间,但黄芩苷与其他杂质不能达到基线分离;而当再减小甲醇比例时,黄芩苷可与其他杂质分离得更好,但会使出峰时间延长,导致峰形扩散并出

现拖尾现象。

3.2 黄芩苷可溶于甲醇,因此可用甲醇或不同浓度的甲醇溶液来稀释样品,制成供试液,无需复杂的前处理过程。该方法简便、准确、快速、重现性好,可作为该制剂含量测定的检测方法。

参考文献

- [1] 张洪,徐德芳,雷嘉川,等.HPLC法测定鼻渊灵冲剂中黄芩苷含量[J].中国现代应用药学杂志,1999,16(1):58.
- [2] 莫可元,莫志江.RP-HPLC测定龙胆泻肝口服液中黄芩苷含量[J].中成药,2000,22(11):764.

收稿日期:2001-09-27