

高效液相色谱法测定茵黄利湿颗粒中黄芩苷含量

徐菲拉¹, 吴立成², 陈宗良²

(1. 浙江省金华市中心医院, 浙江 金华 321000; 2. 浙江省金华市药品检验所, 浙江 金华 321000)

摘要:目的 建立茵黄利湿颗粒中黄芩苷的含量测定方法。方法 色谱柱为 Diamonsil TM C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水-冰醋酸(50:50:1), 检测波长为 274 nm, 柱温为 35℃, 流量为 1 mL/min。结果 黄芩苷质量浓度线性范围是 0.010 6~0.106 mg/mL, $r = 0.999 7$, 平均回收率为 96.12%, RSD 为 1.19%。结论 该方法方便、快速、准确, 可用于茵黄利湿颗粒的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 黄芩苷; 茵黄利湿颗粒; 含量测定

中图分类号: R286.0; R284.1

文献标识码: A

文章编号: 1006-4931(2006)21-0040-01

茵黄利湿颗粒是由黄芩、金银花、茵陈、栀子、地黄、白鲜皮、土茯苓、玄参、薏苡仁等制成的颗粒剂, 具有清热利湿、祛风止痒的功效, 用于治疗泛发性湿疹、脂溢性皮炎、传染性湿疹样皮炎等。制剂质量标准中只有茵黄利湿颗粒的薄层色谱鉴别, 而无含量测定指标。黄芩具有清热燥湿、泻火解毒、止血、安胎的作用, 主要活性成分为黄芩苷^[1]。为了更好地控制制剂质量, 笔者采用高效液相色谱法(HPLC法)测定了茵黄利湿颗粒中黄芩苷的含量, 该方法简便、快速、准确且灵敏, 专属性强, 现报道如下。

1 仪器与试剂

Waters 510 型高效液相色谱仪, Waters 490E 多功能紫外检测器。甲醇为色谱纯, 其他试剂均为分析纯; 黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号为 0715-200111); 茵黄利湿颗粒(自制)。

2 方法与结果

2.1 检测波长确定

参考 2005 年版《中国药典(一部)》黄芩项下含量测定方法中的检测波长^[1], 选择 274 nm 作为检测波长。

2.2 色谱条件

色谱柱: Diamonsil TM C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(50:50:1); 检测波长: 274 nm; 柱温: 35℃; 流量: 1 mL/min。在此条件下, 黄芩苷与其他组分能达到基线分离, 且阴性对照试验无干扰(见图 1)。

2.3 方法学考察

线性关系考察:精密称取黄芩苷对照品 10.60 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇使溶解并稀释至刻度, 摇匀; 分别精密量取该溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 10.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀。按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分值为纵坐标, 黄芩苷质量浓度为横坐标绘制标准曲线, 计算得回归方程 $Y = 1.978 \times 10^4 X - 1.783 \times 10^5$, $r = 0.999 7$ 。结果表明黄芩苷质量浓度在 0.010 6~0.106 mg/mL 范围内与峰面积积分值有良好的线性关系。

精密度试验:采用重复性试验, 取同一批茵黄利湿颗粒样品(批号 060419)5 份, 按上述色谱条件测定其黄芩苷含量。结果的

RSD < 2.0%, 表明方法重现性较好。

稳定性试验:精密吸取同一供试品溶液, 按上述色谱条件在 0, 4, 8, 16, 24, 48 h 时分别进样 6 次, 测定峰面积。结果 24 h 内其 RSD < 2.0%, 表明本品在 24 h 内稳定。

阴性对照试验:取处方中除黄芩外的其他药味, 按茵黄利湿颗粒制备方法制成阴性对照品, 按含量测定方法进行测定。结果阴性样品对测定无干扰。

加样回收试验:精密称取含量为 1.358 5 mg/g 的茵黄利湿颗粒 6 份, 精密添加不同量的黄芩苷对照品, 置 100 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇约 80 mL, 超声处理 20 min, 取出, 放冷, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 按上述色谱条件测定, 表 1 结果表明本法回收率好, 方法可行。

表 1 黄芩苷加样回收试验结果

取样量(g)	样品含量(mg/mL)	加入量(mg/mL)	测得量(mg/mL)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	RSD(%)
1.287 6	0.017 4	0.008 0	0.025 1	95.98	96.12	1.19
1.264 8	0.017 2	0.008 0	0.024 9	96.51		
1.250 1	0.017 0	0.013 2	0.029 7	95.88		
1.289 8	0.017 5	0.013 2	0.030 7	100.00		
1.252 6	0.017 0	0.021 2	0.037 3	95.88		
1.275 4	0.017 3	0.021 2	0.036 9	92.49		

2.4 样品含量测定

取供试品研细混匀, 取约 2.5 g, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇约 40 mL, 超声处理 20 min, 取出, 放冷, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 2 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 微孔滤膜滤过即得供试品溶液。分别精密吸取供试品溶液与对照品溶液, 按上述色谱条件测定, 计算样品中黄芩苷的含量, 结果批号为 060419, 060429, 060430 的样品中黄芩苷含量分别为 1.358 5, 1.236 1, 1.319 5 mg/g ($n = 4$)。

3 讨论

3.1 曾以甲醇-水-磷酸(47:53:0.2)作为流动相进行试验, 但样品中黄芩苷的分离度不佳, 选用文中流动相甲醇-水-冰醋酸(50:50:1), 分离效果则较好。

3.2 以 50% 甲醇作为提取溶剂, 对不同超声波处理时间进行了对比, 结果表明超声处理 20 min 时有效成分已提取完全, 故选择超声处理 20 min 作为供试品溶液的提取方法。

作者简介: 徐菲拉, 女, 主管中药师, (电话)0579-3256655(电子邮箱)lafeixu@sohu.com。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 211, 212.

(收稿日期: 2006-06-18; 修回日期: 2006-10-18)