

HPLC 法测定利咽喷喉液中黄芩苷的含量

赵彩霞¹ 戴卫红¹ 张彬² 李云霞¹ (1.解放军白求恩国际和平医院 石家庄 050082;2.石药集团恩)

摘要 目的:建立测定利咽喷喉液中黄芩苷含量的高效液相色谱法。方法:采用 Diamonsil C₁₈柱(150 mm×4.6 mm,5 μm)分离,以甲醇-水-三乙胺(50:50:0.25,磷酸调节 pH 2.5)进行洗脱,在 277 nm 处检测。结果:黄芩苷在 10.06~80.48 μg·ml⁻¹ 范围内质量浓度与峰面积呈良好的线性关系;黄芩苷的平均回收率为 100.39% (RSD=0.74%,n=9)。结论:本法操作简便,准确度高,重复性好,可作为利咽喷喉液质量控制方法之一。

关键词 利咽喷喉液;黄芩苷;HPLC 法

中图分类号:R927.2 **文献标识码**:A **文章编号**:1008-049X(2011)04-0578-02

利咽喷喉液是由玄参、麦冬、黄芩、冰片和薄荷油等十一味中药经提取加工制成的液体制剂,具有清利咽喉、生津止渴的作用,用于治疗风热感冒、咽喉肿痛及手术患者禁食禁水引起的体虚津亏所致咽干、口渴,疗效确切,为我院自制制剂(北 20060002HZQ)。为了有效控制其质量,确保临床患者用药的安全有效,采用 HPLC 法测定黄芩苷的含量,方法简便、灵敏,专属性强、分离度及重复性好,可以有效的控制该制剂中黄芩苷的含量。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 型高效液相色谱仪(包括 G1322 型在线脱气机,G1311A 型四元泵,G1313A 型自动进样器,G1314A 型紫外检测器,A.08 化学工作站);色谱柱 Diamonsil C₁₈(150 mm×4.6 mm,5 μm);BP-211D 型电子分析天平(北京赛多利斯仪器有限公司);pHS-3B 精密 pH 计(上海雷磁仪器厂)。黄芩苷对照品由中国生物制品检定所提供(批号:110715-200514);利咽喷喉液由我院制剂室提供(批号:20090602、20090624、20090804);甲醇(色谱纯),购自天津市康科得科技有限公司;磷酸(分析纯),购自天津市大茂化学试剂厂;三乙胺(色谱纯),购自天津市光复精细化工研究所。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[1-3]

色谱柱:Diamonsil C₁₈(150 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:甲醇-水-三乙胺(50:50:0.25)(磷酸调节 pH 2.5);流速:

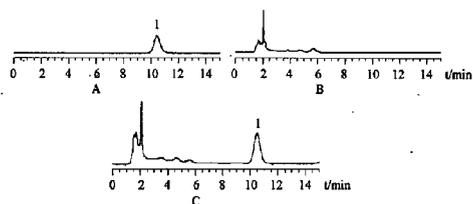
1.0 ml·min⁻¹;检测波长:277 nm;柱温:25 ℃;进样量:10 μl。

2.2 溶液的配制

2.2.1 对照品溶液 精密称取黄芩苷对照品 10.06 mg,置 50 ml 量瓶中,用 50% 甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 0.5,1,1.5,2.0,2.5,3,3.5,4.0 ml 置 10 ml 量瓶中,加 50% 甲醇稀释至刻度,摇匀。

2.2.2 供试品溶液 精密量取本品 2 ml,置 50 ml 量瓶中,加 50% 甲醇稀释至刻度,摇匀,用 0.45 μm 微孔滤膜过滤,取续滤液,即得。

2.2.3 阴性样品溶液 按处方比例称取除黄芩以外的其余药材,按利咽喷喉液的制备工艺制成阴性对照样品;按“2.2.2”供试品溶液项下方法操作,制成缺黄芩的阴性样品溶液。



A. 对照品 B. 阴性样品 C. 供试品 1. 黄芩苷色谱峰

图 1 HPLC 色谱图

通讯作者:李云霞 Tel:(0311)87978501 E-mail:zqbn2002@126.com

动相的选择过程中,比较了醋酸、三乙胺、醋酸铵、磷酸二氢钾缓冲液水溶液的不同浓度、有机相与水相的不同构成比及流动相的不同 pH 对分析结果的影响,选择磷酸二氢钾缓冲液(0.05 mol·L⁻¹,pH=3.2)-甲醇(30:70,v/v)作流动相,在此条件下,目标化合物峰形良好,无杂峰干扰测定,基线平稳,保留时间适宜。在样品处理方法的选择上,参照文献^[4]采用蛋白沉淀外标法,用 WBPR 直接沉淀血浆中的蛋白,取上清液 10 μl 进样分析,此法操作简便、快速,稀释体积小(1:1,v/v),避免了甲醇、乙腈沉淀时体积大,灵敏度低等缺点,为 EXH-1626 浓度的测定提供了可靠的方法。考虑到大鼠血浆较少,试验用人血浆建立方法学,预试验 SD 大

鼠单剂量给药后,分别于 0,4,8,12,24,48 h 采血,结果表明该方法特异性较好,灵敏度高。

参考文献

- 1 向华,廖清江. 选择性雌激素受体调节剂有关药物的研究进展[J]. 中国药房,2001,12(9):561
- 2 翁静艳,杭太俊,张惠斌,等. RP-HPLC 法测定 HZ08 含量及有关物质[J]. 中国新药杂志,2007,16(1):65-67
- 3 朱余兵,张晶晶,邹建军,等. 高效液相色谱荧光法测定人血浆中唑吡坦浓度及生物等效性研究[J]. 中国药师,2010,13(1):33-35
- 4 朱定春,朱余兵. 盐酸二甲双胍缓释片人生物利用度和生物等效性[J]. 中国药师,2007,10(5):423-426

(2010-10-25 收稿 2011-01-12 修回)

2.3 系统适用性试验

分别取对照品溶液、供试品溶液和阴性样品溶液注入液相色谱仪,在该色谱条件下,黄芩苷的保留时间为10.4 min,与相邻色谱峰的分离度均大于1.5,理论塔板数按黄芩苷计算不低于5000。阴性对照样品测定无干扰。结果见图1。

2.4 线性关系考察

精密吸取“2.2.1”项下的系列对照品溶液10 μl,注入高效液相色谱仪进行分析,记录黄芩苷色谱峰面积。以峰面积(Y)对浓度(X)进行回归运算,回归方程为 $Y = 39.197X + 3.757$, $r = 0.9998$; 结果表明黄芩苷在10.06 ~ 80.48 μg·ml⁻¹浓度范围内,浓度与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验

取“2.2.1”项下的对照品溶液,按上述色谱条件连续进样6次,测得黄芩苷色谱峰面积的RSD为1.02%。

2.6 重复性试验

取利咽喷喉液样品(批号:20090804),按“2.2.2”供试品溶液项下制备方法,平行制备5份供试品溶液,分别测定含量。黄芩苷的平均含量为1.83 mg·ml⁻¹,RSD为1.67%(n=5)。

2.7 稳定性试验

取同一供试品溶液(批号:20090804),分别在0,2,4,6,8,12 h时进样,测定黄芩苷峰面积,RSD为1.31%(n=6)。结果表明供试品溶液在12 h内稳定。

2.8 加样回收率试验

精密称取已知含量的样品(批号:20090804),分别加入低、中、高三种浓度的对照品溶液,按“2.2.2”供试品溶液项下操作,各精密吸取10 μl,注入液相色谱仪进行分析,记录

黄芩苷峰面积。测得黄芩苷的平均回收率为100.39%(RSD=0.74%,n=9)。

2.9 样品含量测定

取3批利咽喷喉液,按“2.2.2”供试品溶液项下方法操作,注入液相色谱仪进行分析,记录峰面积,以外标法计算黄芩苷的含量。标准规定,黄芩苷的含量不低于1.2 mg·ml⁻¹。结果见表1。

表1 利咽喷喉液中黄芩苷的含量测定结果(n=3)

批号	黄芩苷含量(mg·ml ⁻¹)
20090602	1.73
20090624	1.74
20090804	1.83

3 讨论

试验中使用甲醇-水为流动相,并用磷酸调节其pH值,结果发现,pH对保留时间和峰形影响较大,pH越低保留时间越短,峰形越好,使用磷酸的效果要好于使用冰醋酸,但单独使用磷酸效果不理想,在水相中加入三乙胺,可以有效的减轻拖尾现象。

参考文献

- 1 杨小月. HPLC法测定少阳感冒颗粒中黄芩苷的含量[J]. 中国药师,2010,13(2):228-229
- 2 于天杰,张玲昂. HPLC法测定退烧颗粒中黄芩苷的含量[J]. 中国药师,2010,13(1):143-144
- 3 徐冬,汪涛,张杰. RP-HPLC法测定利鼻片中黄芩苷的含量[J]. 中国药师,2010,13(2):256-257

(2010-11-13 收稿 2011-01-11 修回)

氯霉素滴眼液不同贮存条件下稳定性考察

倪晓霞 陈巧秀 郑绍忠 (解放军第175五医院 福建漳州 363000)

摘要 目的:考察氯霉素滴眼液在不同贮存条件下的稳定性,并确定其有效期。方法:取供试品3批分别于(25±2)℃与(4±2)℃条件下贮存9个月,以HPLC法考察贮存期间氯霉素含量的变化情况。结果:两种贮存条件下,氯霉素含量均逐渐降低,且(25±2)℃条件下降低更为明显,有效期分别为4.71个月和24.04个月。结论:贮存温度显著影响氯霉素含量,氯霉素滴眼液宜低温贮存。

关键词 氯霉素滴眼液; 氯霉素; HPLC法; 有效期

中图分类号:R927.1 文献标识码:A 文章编号:1008-049X(2011)04-0579-03

氯霉素滴眼液由我院制剂室自制,在生产和贮存过程中,氯霉素可水解产生1-(4-硝基苯基)-2-氨基-1,3-丙二醇(简称二醇物),致使抗菌活性降低。本文参考有关文献^[1,2]以高效液相色谱法考察氯霉素及其二醇物含量变化,并确定其在不同贮存条件下的有效期。

1 仪器与试剂

Agilent 1200 Series 高效液相色谱仪, QUAT Pump G1311A, 二极管阵列检测器 DAD G1315D, 数据处理系统

ChemState 320; 分析天平 BT214S, 德国赛多利斯; 一次性针头过滤器; 实验室超纯水系统 U-S15; 恒温恒湿箱 (HWS-400型, 上海精宏实验设备有限公司); 药品冷藏箱 (BY-200, 中科生命科技有限公司); PHS-3C 精密酸度计 (上海理达仪器厂)。乙腈 (Lot904908, HPLC/spectro); 甲醇 (HPLC/spectro, TEDIA COMPANY, Lot909910); 冰醋酸 (西陇化工股份有限公司); 氯霉素对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 130555-200602); 氯霉素二醇物 (中国药品生物制品检定所,

通讯作者:倪晓霞 Tel:15892000871 E-mail:lanxuewei@163.com

HPLC法测定利咽喷喉液中黄芩苷的含量

作者: [赵彩霞](#), [戴卫红](#), [张彬](#), [李云霞](#)
作者单位: [赵彩霞, 戴卫红, 李云霞\(解放军白求恩国际和平医院 石家庄050082\)](#), [张彬\(石药集团恩\)](#)
刊名: [中国药师](#) **ISTIC**
英文刊名: [China Pharmacist](#)
年, 卷(期): 2011, 14(4)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgys201104060.aspx