

高效液相色谱法测定烧伤系列宝中黄芩苷的含量

★ 巩福恒¹ 巩军¹ 高长青² (1. 山东省莱芜市中医医院 莱芜 271100; 2. 山东省莱芜市药品检验所 莱芜 271100)

关键词: 烧伤系列宝; 黄芩苷; 高效液相色谱法; 含量测定

中图分类号: R 284.1 **文献标识码:** A

烧伤系列宝是由十三味中草药组成的复方制剂, 由黄芩、地榆、大黄、黄柏、紫草、虎杖等组成, 具有清热燥湿、泻火解毒、利尿通淋、消肿止痛之功效。对治疗烧伤、烫伤有明显的止痛效果, 能够促使毒素快速排泄, 具有减少疼痛, 快速愈合, 深Ⅱ°烧伤不留疤痕的功效。为控制其质量, 用 HPLC 法测定烧伤系列宝中黄芩苷的含量, 方法快速简便、准确可靠。

1 仪器与试剂

Waters510 高效液相色谱仪; Waters486 紫外检测器; TN-100B 托盘式扭力天平; 53WB 微机型紫外可见分光光度计; CR2AX 数据处理机(岛津公司); 黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所); 烧伤系列宝(医院自制制剂, 批号 040118, 040216, 040319, 040518, 040928); 重蒸馏水, 甲醇(色谱纯、天津试剂厂); 其他均为分析醇。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 采用 ZorbaxSB₁₈ 柱(4.6 mm × 200 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(50: 62: 1), 流速 1.0 ml/min, 检测波长 278 nm, 柱温: 室温。黄芩苷保留时间为 5.58 分钟。

2.2 线性关系考察 精密称取黄芩苷对照品, 加 50% 甲醇制成 0.1 g/L 的对照品溶液。精密吸取黄芩苷对照液 2、4、6、8、10 ml 分别置 20 ml 量瓶中, 加 50% 甲醇定容, 分别进样 10 μL, 测定吸收峰面积, 以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 进行线性回归, 得回归方程 $A = 1.34 \times 10^6 C + 3.6 \times 10^3$ ($r = 0.9996$) ($n = 3$), 结果表明在 10 ~ 50 mg/L 范围内线性关系良好。

2.3 精密度试验 精密吸取黄芩苷对照品溶液, 依法平行测定 5 次, 记录峰面积, RSD 为 1.76, 说明精密度良好。

2.4 重复性试验 取批号: 040518 的供试溶液 5 份, 照样品测定法测定, 结果 RSD 为 1.58%, 说明重复性好。

2.5 稳定性试验 精密吸取批号: 040518 的供试品溶液, 每隔 1 h 进样 1 次, 共进样 5 次, 结果供试品溶液在 9 h 内基本稳定, RSD 为 0.63%。表明供试品溶液在 9 h 内稳定。

2.6 加样回收试验 精密量取已测得黄芩苷含量的样品批号: 040518, 含量为 724 mg/L 约 5 ml, 分别加入黄芩苷对照品适量, 共 5 份按“样品测定”项下操作进行回收率试验, 结果

见表 1。

表 1 样品中黄芩苷回收率测定结果

样品	黄芩苷含	加入量	测得量	回收率	平均回收	RSD
/ml	量/mg	/g	/mg	(%)	率(%)	(%)
5.00	731	2.00	5.44	98.4		
5.00	732	2.00	5.47	98.9		
5.00	738	2.00	5.52	99.8	98.4	2.86
5.00	736	2.00	5.51	99.6		
5.00	724	2.00	5.28	95.5		

2.7 样品含量测定 精密量取样品 5 ml, 加甲醇 50 ml, 稀释混溶, 然后过滤, 精密吸取 2 ml, 置 5 ml 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀放置过夜, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤即得。取 10 μL 进样, 结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果

批号	黄芩苷含量/g · L ⁻¹	RSD(%)
040118	0.705	
040216	0.706	
040319	0.736	1.06
040518	0.736	
040928	0.732	

3 讨论

烧伤系列宝是中药复方制剂, 具有多种成分, 特别是含紫草与三黄, 色素比较重, 因此样品进入色谱仪前, 应将样品置提取器中, 提取处理后方能进入色谱仪, 避免样品无法分离。

流动相开始选择《中国药典》^[1] 中黄芩含量测定项下的流动相为甲醇-水-磷酸(47: 53: 0.2), 经试验, 供试品中黄芩苷不能有效分离。经过优化流动相配比, 改为甲醇-水-冰醋酸^[2](50: 62: 1)为流动相, 加大水的比例, 黄芩苷与其它成分峰的分离更好, 改变出峰时间, 达到基线分离。

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, 1995, 271.
- [2] 王辉, 罗顺德, 邹英. 高效液相色谱法测定清咽解毒口服液黄芩苷的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2004, 24(6): 336.

(收稿日期: 2007-05-08)