

高效液相色谱法测定黄芩配方颗粒中黄芩苷的含量

★ 支敏倩 (江苏省常熟市第二人民医院 常熟 215500)

关键词:黄芩配方颗粒;黄芩苷;高效液相色谱法;含量

中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

将单味中药水提后减压真空浓缩、喷雾干燥,制成配方颗粒,方便患者使用,已在部分医院使用,而关于中药配方颗粒的质量标准研究不多。本文以黄芩配方颗粒为研究对象,研究其黄芩苷含量测定方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 高效液相色谱仪系统包括高效液相色谱仪(Waters 515);P200 高压泵;Waters 2487 紫外检测器及 GJ605 型高压六通进样阀;色谱柱(Hanbang C-18);数据采集及处理采用 HS 色谱数据工作站 V4.0+(杭州英谱科技)

1.2 试剂 黄芩苷对照品,中国药品生物制品检定所(批号 0715-200302);黄芩配方颗粒(100011);江阴天江药业有限公司;其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验^[1] 色谱柱:HangBang C₁₈(200 mm×4.6 mm, 5 μm);甲醇-水-磷酸(47:53:0.2)作流动相,使用前以 0.45 μm 微孔滤膜减压过滤,检测波长 280 nm,流速为 1.0 mL/min;定量环体积为 10 μL。此条件下黄芩苷峰与相邻峰分离度>1.5,理论塔板数按黄芩苷峰计算应不低于 2 000。

2.2 供试品溶液的制备 取本品 0.01 g,精密称定,精密加入蒸馏水 100 mL,超声使溶解,滤过,弃去初滤液,取续滤液作为供试品溶液。

2.3 线性关系 精密称取黄芩苷对照品 5.80 mg,加甲醇溶解,转于 100 mL 容量瓶中,加无水乙醇至刻度,得 0.058 mg/mL 对照品溶液,精密量取上述储备液 0.25、0.50、1.50、2.50、3.50、7.00 mL,分别置 10 mL 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,各取 10 μL,注入高效液相色谱仪,以峰面积对黄芩苷浓度回归计算,结果表明线性关系良好,回归方程及相关系数分别为: $A = 276\ 128.6C - 6\ 690.0$ ($r = 0.999\ 7$),线性范围分别为 0.001 4~0.040 6 mg/mL。

2.4 加样回收率 取已知含量的样品(8 份),精密称定,分别加入一定量的对照品溶液,按样品处理测定,计算加样回收率。结果平均回收率为 97.49%, $RSD = 1.63\%$ ($n = 5$)。

2.5 精密度试验 取同一浓度的对照品溶液,重复进样 8 次,测定峰面积积分值相对标准偏差为 2.14%。

2.6 重现性试验 取同一样品 8 份,分别处理,测定 8 次,样品含量相对标准偏差为 0.87%。

2.7 稳定性试验 取对照品溶液进样后,贮存于冰箱,分别于不同时间,进样 10 μL,分别测定峰面积,48 小时峰面积积分值相对标准偏差为 1.93%。

2.8 样品测定 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL,注入液相色谱仪,测定,计算样品中黄芩苷的含量。结果见表 1。

表 1 HPLC 测定黄芩配方颗粒的含量结果

批号	黄芩苷含量(%)
040114	28.7
040208	32.47
040516	29.80
040525	30.92
040705	29.19
040913	31.79

3 讨论

(1)根据所测 4 批样品的含量结果,黄芩配方颗粒中黄芩苷的平均含量为 30.49%,因此可规定黄芩配方颗粒中黄芩苷不得少于 28%。

(2)黄芩配方颗粒的生产工艺是由药材经水提浓缩喷雾干燥而成,因此含量测定方法中样品的处理选用了以水作为溶媒溶解直接测定。

(3)建议加强和重视对配方颗粒质量标准的研究。

参考文献

[1]中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:化学工业出版社,2000.248

(收稿日期:2005-04-01)