

HPLC 法测定黄连上清丸中黄芩苷含量

南京市中医院(210001) 姚仲青 金芳

黄连上清丸为传统的中药制剂,收载于中国药典1995年版。但其质量控制标准仍不完善,文献报道亦仅对其中的小檗碱、蒽醌类作过定性或定量分析^[1,2],而对方中主药之一黄芩所含的主要活性成分黄芩苷的含量测定方法尚无报道。因此,我们对黄连上清丸中黄芩苷含量进行了测定。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-6AV 高效液相色谱仪,SPD-6AV 紫外检测器,SCL-6A 系统控制器,C-R3A 色谱数据处理器,RHEO DY NE 7125 进样阀,CTO-6A 柱温箱。Spherisorb C₁₈(4.6 mm×300 mm, 5 μ) 色谱柱,大连依利特公司;TS 0.5/20 超声提取仪。

黄芩苷标准品,中国药品生物制品检定所;黄连上清丸,市售,为同一药厂生产,产地河南。

甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

2 实验方法及结果

2.1 色谱条件: Spherisorb C₁₈柱(4.6 mm×300 mm 5 μ);流动相: 甲醇-水-磷酸(55:45:0.2),流速 0.7 mL/min;检测波长: 280 nm;纸速 1 mm/min;灵敏度: 0.08 AUFS;柱温: 30℃。黄芩苷标准品在此条件下的保留时间为 13.1 min。标品及样品的理论塔板数为 3 800,样品分离度为 2。

2.2 标准曲线的制备: 精密称取黄芩苷标准品(60℃减压干燥 4 h)12.8 mg,置 100 mL 量瓶内,50%乙醇溶解,并定容。精密吸取此溶液 2.0,4.0,6.0,8.0,10.0 mL,置 10 mL 量瓶中,用 50%乙醇稀释至刻度。分别吸取 10 μL,注入液相色谱仪,测定峰面积。以黄芩苷量(μg)为纵坐标,峰面积为横坐标,回归方程为 $Y = (0.6356X - 6.719) \times 10^{-4}$, $r = 0.9999$,线性范围为 0.256~1.28 μg。

2.3 样品中黄芩苷含量测定: 取黄连上清丸,研细,取粉末 0.5 g,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加 50%

乙醇 40 mL,超声提取 20 min,再加 50%乙醇至刻度,摇匀,静置。取上清液,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后直接进样测定。进样量 10 μL。以外标两点法计算含量,结果 3 批分别为 0.551%, $RSD = 0.81\%$; 0.563%, $RSD = 1.01\%$; 0.526%, $RSD = 1.38\%$ 。

2.4 精密度试验: 试验结果标准品 $RSD = 0.89\%$,样品为 $RSD = 1.11\%$ ($n = 5$)。

2.5 加样回收率的测定: 试验结果黄芩苷的平均加样回收率为 99.32%, $RSD = 0.87\%$ ($n = 5$)。

2.6 提取时间对样品中黄芩苷提出率的影响: 取批号 980401 样品粉末 0.5 g,共 4 份,精密称定,按样品测定项下处理,提取时间及测定结果见表 1(未按干燥计)。由表 1 可知,当样品经超声提取 20 min 后,即可将其中的黄芩苷较为完全地提出。

表 1 提取时间与样品中黄芩苷提出率

提取时间 (min)	含量 (%)	P*
10	0.4959	<0.001
15	0.5185	<0.1
20	0.5316	>0.1
25	0.5320	

* 与 25 min 组的比较 t 检验

3 讨论

黄芩为方中主药之一,从所测三批样品数据可知,基本能达到药黄芩项下黄芩苷的含量要求。故建议黄连上清丸质量标准项下,应增订黄芩苷的含量测定项,并规定下限为 0.54%。

参考文献

- 1 薛玉梅. 中成药,1995,17(10):17
- 2 王达妹,等. 中成药,1995,17(2):16

(1998-06-05 收稿)

欢迎投稿 欢迎订阅