

HPLC法测定抗病毒合剂中黄芩苷的含量

安鸿志,陈卓,张斌*

(河南省肿瘤医院 药剂科,河南 郑州 450003)

抗病毒合剂由黄芩、金银花、板蓝根、大青叶等中药组成,具有清热解毒、凉血利咽的功能,临床上主要用于外感风热引起的咽干、喉痛、咳嗽、急性病毒性感冒、扁桃体炎、腮腺炎等。该药为本单位自制制剂,疗效确切,服用方便。为了控制产品质量,保证药物疗效,本研究采用 HPLC法对抗病毒合剂中黄芩苷的含量进行测定。

1 仪器与试药

岛津 LC-10AT 高效液相色谱仪, SPD-10A 紫外检测器, LC-10A 泵, C-1 R6A 分析仪。黄芩苷对照品由中国药品生物制品检定所提供,抗病毒合剂由我院制剂室生产(批号: 20020809, 20020913, 20021025, 20021116, 20021117),试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(50: 50: 1); 检测波长: 274 nm; 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 室温。理论塔板数按黄芩苷峰计算应不低于 2 000。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取 60℃ 减压干燥 4 h 的黄芩苷对照品 10.2 mg, 置 100 mL 容量瓶内, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 取抗病毒合剂适量, 滤过, 精密量取 1 mL, 置 10 mL 容量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 线性关系考察: 精密称取黄芩苷对照品 10.2 mg, 置 50 mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。精密吸取 2, 4, 6, 8, 10, 12 mL, 分别置于 10 mL 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀。进样 10 μ L, 测定峰面积。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 得回归方程 $Y = 4\,923\,009X - 2\,473$ ($r = 0.999\,9$)。结果表明, 黄芩苷在 0.204~2.448 μ g 与峰面积呈良好性关系。

2.5 精密度试验: 取黄芩苷对照品溶液 10 μ L, 连

续进样 5 次, 测得其峰面积的 RSD 为 1.23%。

2.6 重现性试验: 取同一批样品按照“样品测定”项下方法, 平行测定 5 份, 黄芩苷含量的 RSD 为 1.31%。

2.7 稳定性试验: 精密吸取黄芩苷对照品溶液于 1, 2, 4, 8, 12, 24 h 进样测定, 计算得黄芩苷峰面积的 RSD 为 1.18%。可知黄芩苷溶液 24 h 稳定。

2.8 加样回收率试验: 取已知含量的同一批样品(20021025) 5 份, 分别加入一定含量的黄芩苷对照品, 按“样品测定”项下方法测定, 结果平均回收率为 99.26%, RSD 为 1.10%。

2.9 样品测定: 精密吸取 5 个批号的抗病毒合剂各 1 mL, 按照 2.3 项下方法制备。精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μ L, 分别注入高效液相色谱仪, 测定结果见表 1。

表 1 抗病毒合剂中黄芩苷 ($n=2$)

Table 1 Content of baicalin in Kangbingdu Mistura ($n=2$)

批号	黄芩苷 / (mg \cdot mL ⁻¹)
20020809	2.391
20020913	2.276
20021025	2.380
20021116	2.415
20021117	2.403

3 讨论

本品为我院临床常用制剂, 原质量标准中仅对主药的定性鉴别做出了规定, 却未对其含量进行测定, 因此很难控制质量。本实验对该制剂中黄芩这一主药进行了含量测定, 结果显示, 方法稳定可靠, 重现性好, 可以作为该制剂的含量测定标准。

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol I .
- [2] Zhao P. Determination of baicalin in Compound Yuxingcao Mistura by HPLC [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 2002, 33(6): 516-517.