

HPLC 测定清脑降压片中黄芩苷的含量

★ 胡英 柳莹 (吉林省通化市药品检验所 通化 134001)

关键词:清脑降压片;黄芩苷;HPLC 法;含量测定

中图分类号:TQ 460.6 文献标识码:A

清脑降压片是由黄芩、当归、槐花、牛膝等 13 味中药组成,黄芩为主药之一。黄芩是唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根,主要有效成份为黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩新素等,均属黄酮类成分。其中以黄芩苷含量较高,具有清热泻火、降压止咳等作用,用于高热烦渴、高血压、肺热咳嗽等疾病,与本品的功能主治有密切关系,是本制剂的主要有效成份之一。为了确保药品质量,我们现参考有关资料^[1],采用反相高效液相色谱法测定该制剂中黄芩苷的含量。

1 仪器与试剂

美国 SP-8810 型高效液相色谱仪,浙大 N2000 色谱数据处理工作站。黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号:110715-200212),甲醇为色谱纯,水为蒸馏水,其它试剂均为分析纯。清脑降压片(由通化市兴华药业提供)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:依利特 C₁₈(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相:甲醇-水-磷酸(45:55:0.2);检测波长:278 nm;流速:1.0 mL/min;柱温:室温;进样量:5 μL;理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 4 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取黄芩苷对照品适量,加甲醇制成 30 μg/mL 的溶液作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 20 片,除去包衣,精密称定,研细,取 1.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 70% 甲醇 50 mL,称定重量后,置水浴上加热回流 1 小时,取出,放至室温,再称定重量,用 70% 甲醇补足减失的重量,滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液 2 mL,置 10 mL 量瓶中,加 70% 甲醇至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.4 阴性对照溶液的制备及试验 按处方比例配成不含黄芩的阴性对照样品,照供试品溶液的制备方法,制成阴性对照溶液,试验结果表明无干扰。

2.5 线性关系考察 分别精密吸取对照品溶液 1、3、5、7、9 μL 进样,记录色谱图并测定峰面积,以峰面积对进样量回归,回归方程为: $Y = -2019 + 2307 \times 103x$, $r = 0.9999$,结果表明黄芩苷在 0.025 7~0.267 3 μg 范围内,与峰面积呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验 精密吸取对照品溶液 5 μL,注入液相色谱仪,重复进样 5 次, $RSD = 0.38\%$ 。

2.7 稳定性试验 取同一批样品的供试品溶液,分别于 0、2、4、8、12 小时,测定含量, $RSD = 0.48\%$ 。结果表明供试品溶液在 12 小时内稳定。

2.8 重现性试验 取同一批样品 5 份,按“2.3”项下操作后,照上述色谱条件和测定法连续进样 5 次,用外标法计算黄芩苷含量(mg/片),分别为 2.20、2.17、2.20、2.24、2.27; $RSD = 1.76\%$ 。

2.9 回收率试验 精密称取已知含量的样品适量,精密加入一定量的对照品,按样品溶液制备项下操作,作为试验溶液;分别精密量取对照品溶液和试验溶液各 5 μL 进样,计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

组别	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 / (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	6.66	2.21	8.92	100.6		
2	6.70	2.21	8.93	100.2		
3	6.66	2.21	8.90	100.3	100.4	0.22
4	6.71	2.21	8.98	100.7		
5	6.68	2.21	8.90	100.1		

结果表明本法回收率较好,准确度较高。

2.10 样品测定 取不同批号的清脑降压片,按“2.3”项下操作,分别精密量取对照品溶液和样品溶液各 5 μL,注入高效液相色谱仪,测定黄芩苷的含量,结果见表 2。

芪术肠溶胶囊的制备及质量控制

★ 龙世平 (广东省深圳市松岗人民医院 深圳 518106)

★ 聂中越 (广东省深圳市人民医院 深圳 518020)

关键词:芪术肠溶胶囊;制备;质量控制

中图分类号:TQ 460.6 文献标识码:A

芪术胶囊组方源于古典方,经临床筛选加减化裁组合后,对妇人崩漏症有明显疗效。本制剂以天然中药材为原料,采用逆向水提醇沉工艺提取、分离、精制中药材;同时,运用现代制粒技术制备肠溶胶囊。该制剂吸收快,生物利用度高,无毒副作用,是治疗功能失调性子宫出血的中药新制剂。

1 处方与制备

1.1 处方 黄芪 200 g,白术 180 g,山茱萸 150 g,白芍 120 g,煅龙骨 200 g,煅牡蛎 200 g,地榆炭 150 g,海螵蛸 120 g,茜草 90 g,制成 1 000 粒肠溶胶囊。

1.2 制备 药材粗粉加水提取 2 次,第一次加 3 倍量水量,第二次加 2 倍量水量,每次 2 小时。然后将提取液浓缩成每 1 mL 相当于药材 1~2 g,将提取的液体药渣,再用 75% 乙醇(约为处方中生药总量的 3 倍)浸渍 12 小时,恒温回流 2 小时,滤过,滤液浓缩成流浸膏备用。流浸膏采用真空喷雾干燥即成芪术全浸膏粉,然后加适量赋形剂 HPMC 和微粉硅胶制粒,干燥,加少量润滑剂充分混合均匀,填充 0

号胶囊,使成 0.3 g/粒。

2 质量控制

2.1 性状 本品为胶囊,内容物呈深褐色,气香,味苦。

2.2 鉴别 取本品内容物 3 g,用水饱和的正丁醇振摇萃取 3 次,每次 30 mL,合并正丁醇液,用氨试液洗涤 3 次,每次 30 mL,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法^[1]试验,吸取上述两种溶液各 2 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(13:7:2)10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,日光下显相同颜色的斑点;紫外光灯(365 nm)下显相同颜色的荧光斑点。

2.3 检查 应符合胶囊剂项下有关的各项规定。

表 2 五批样品中黄芩苷含量测定结果

批号	黄芩苷含量/mg·片 ⁻¹	平均含量/mg·片 ⁻¹
030401	2.20	
030409	2.22	
030603	1.99	2.14
031201	2.22	
040122	2.18	

3 讨论

3.1 检测波长的选择 取黄芩苷对照品的甲醇溶液,经 UV-260 紫外分光光度计 250~350 nm 范围内测定黄芩苷,在 277.7 nm 波长处,有最大吸收,故选 278 nm 为本实验的测定波长。

3.2 流动相的选择 我们曾参考资料^[1]用甲醇-水-冰醋酸(45:54:1)为流动相,但黄芩苷峰与杂质峰分离不好。用甲醇-0.5% 磷酸溶液-N,N 二甲基甲

酰胺(14:16:1)^[2]为流动相,有拖尾。经试验选用甲醇-水-磷酸(45:55:0.2)^[1]为流动相,分离效果最好,保留时间适度,因此,确定其为本法的流动相。

3.3 样品提取方法的考察 黄芩苷的极性较大,故我们采用了 70% 甲醇超声提取,70% 乙醇超声提取,甲醇加热回流提取,70% 甲醇加热回流提取,经对比 70% 甲醇加热回流提取,既提取充分,干扰成分又少,同时我们又对提取时间进行考察,结果提取 1 小时与 2 小时的含量基本没有变化,因此,我们设定提取时间为 1 小时。

参考文献

- [1]药典委员会.中国药典(一部)[M].北京:化工出版社,2000
[2]张俐,王玉,王强. HPLC 测定清脑降压颗粒中黄芩苷的含量[J]. 中成药,2004,26(5):附 1

(收稿日期:2005-04-25)