

咽舒丸中黄芩苷的含量测定

殷丹 相坤 姜启娟*

(通化市食品药品检验所 吉林 通化 134000)

【摘要】目的: 本研究为控制咽舒丸质量提供简单方法, 并为深入研究制定咽舒丸质量标准奠定基础。方法: 采用高效液相色谱法(简称HPLC法), 以黄芩中黄芩苷含量为指标, 进行含量测定。结果: 高效液相色谱法测定咽舒丸中黄芩苷的含量并制定含量限度, 规定本品每克含黄芩以黄芩苷计, 不得少于1.5mg。结论: 充分有效地控制其质量, 确保制订咽舒丸质量标准科学、可行, 进而可确保临床及中药制剂的用药安全。

【关键词】质量标准; 咽舒丸; 高效液相色谱法; 黄芩苷; 含量测定

1、仪器与试剂

1.1 仪器

日本岛津LC-2010AHT高效液相色谱仪; AL104万分之一电子分析天平; BT25S十万分之一(均产于德国Sartorius公司); TP-150超声波清洗机(天鹏电子技术有限公司)等。

1.2 所需试剂

咽舒丸(三个不同批号); 黄芩苷对照品(由中国食品药品检定研究院提供, 批号: 110715-201318); 规格: 供含量测定用(含量以93.3%计)。乙腈为色谱纯, 水为纯化水, 其它试剂均为分析纯。

1.3、色谱条件

色谱柱: 日本岛津WondaCract ODS C18 (4.6×250mm, 5μm); 流动相: 甲醇-0.2%磷酸(47: 53); 流速: 0.8ml/min; 柱温: 室温; 检测波长: 277nm; 理论板数按黄芩苷峰计算应不低于4000。

1.4、对照品溶液的制备

取黄芩苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1ml含80μg的溶液, 即得。

1.5、供试品溶液的制备

精密称取本品1g, 置25ml量瓶中, 加70%甲醇适量, 超声处理(功率250W, 频率40kHz)30分钟, 放冷, 用70%甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2、方法学考察

2.1测定波长的选择: 取对照品溶液, 经TU-1900型紫外可见分光光度计在200.0nm~400.0nm范围内测定, 黄芩苷在277.7nm波长处, 有最大吸收, 同时参照《中国药典》2010年版一部有关黄芩苷的含量测定所确定的检测波长, 故选择277.0nm为本实验的测定波长。

2.2 阴性对照试验: 为进一步考察试验的合理性, 取不含黄芩的阴性对照样品。依正文所述方法进行测定。结果, 阴性样品色谱在与黄芩苷对照品色谱峰相应的保留时间附近无干扰峰检出, 证明本方法合理可行。

2.3精密密度试验: 精密吸取对照品溶液10μl, 注入液相色谱仪, 重复6次, 测定其色谱峰面积值, 结果表明所用仪器良好的精密性。

2.4重复性试验: 取同一供试品, 依正文方法独立测定6份, 结果表明本方法具有良好的重复性。

2.5稳定性试验: 取供试品溶液, 按正文色谱条件测定, 结果表明48小时内供试品溶液中黄芩苷的含量基本稳定。

2.6标准曲线制备

分别取黄芩苷对照品约16mg, 精密称定, 置20ml量瓶中, 用甲醇适量溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得贮备液。分别精密吸取贮备液0.8ml、1.0ml、1.2ml、1.5ml、1.8ml置10ml量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀。精密吸取上述5种溶液各10μl注入高效液相色谱仪测定, 以对照品浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程, 数据见表1。

表1 标准曲线数据

进样量(μg/ml)	61.88	77.35	92.82	116.02	139.23
峰面积值	2885777	3593084	3673312	4188426	4769080
回归方程	$y=23950.7x + 1432095.3 (r=0.9994)$				

结果表明黄芩苷在0.620~1.392μg范围内, 呈线性关系, 符合外标法定量测定的要求。

2.7回收率试验

精密称取已知含量的供试品(批号: 20141216, 含量为1.1mg)9份, 每三份分别精密加入对照品溶液(773.5μg/ml)0.2ml、0.7ml、1.2ml, 依法测定, 计算回收率, 结果见表2。

如表2所示, 测得黄芩苷的平均回收率为102.8%, RSD=2.0%, 结果表明本法回收率较好, 准确度较高。

3、样品测定结果及限度

依正文方法测定三批样品, 结果见表3

表3 三批样品中黄芩苷含量测定结果

编号	批号	含量(mg/g)
1	20141216	2.3
2	20150309	2.3
3	20150511	2.2

参照《中国药典》2015年版一部黄芩药材的含量限度, 安宫牛黄丸、消瘿丸等制剂中黄芩苷的转移率分别为66.7%、39.1%左右, 而该样品中黄芩苷的转移率为100%, 根据三批样品的含量测定结果, 暂定本品每克含黄芩以黄芩苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)计, 不得少于1.5mg。

通讯作者: 姜启娟

表2 回收率试验结果

NO	取样量(g)	样品含量(mg)	加标量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
1	0.5003	1.1000	0.9156	2.0527	104.05
2	0.4999	1.1000	0.9156	2.0504	103.80
3	0.5013	1.1000	0.9156	2.0520	103.98
4	0.5021	1.1000	1.1259	2.2748	104.34
5	0.5016	1.1000	1.1259	2.2712	104.02
6	0.5009	1.1000	1.1259	2.2725	104.14
7	0.5031	1.1000	1.3371	2.4588	101.62
8	0.5025	1.1000	1.3371	2.4431	100.45
9	0.5004	1.1000	1.3371	2.4224	98.90