

HPLC测定牛黄上清丸中黄芩苷的含量

许传旭

(北分瑞利分析仪器集团有限责任公司色谱中心, 北京 100095)

摘要: 建立牛黄上清丸中黄芩苷含量测定的方法。采用高效液相色谱法, XB-C18 柱(5 μ m, 250mm \times 4.6mm), 流动相: 甲醇: 水: 磷酸=45: 55: 0.2, 进样量: 5 μ L, 柱温: 30 $^{\circ}$ C, 可以满足药典的分析要求。

关键词: 牛黄上清丸; 黄芩苷; 高效液相色谱法

现代药理学表明, 黄芩苷有清热燥湿、抗菌消炎的作用, 为其有效成分。牛黄上清丸为药典配方, 主要成分为人工牛黄、黄芩、当归、连翘、薄荷、菊花、白芷等。本实验测定了牛黄上清丸中黄芩苷的含量, 为控制牛黄上清丸的质量提供科学的依据。

1 样品制备 (参见药典 2005 年第一部 P379)

1.1 对照品溶液的制备

取黄芩苷对照品适量, 精密称量, 加甲醇制成每 1mL 含 60 μ g 的溶液, 即得。

1.2 供试品溶液的制备

取重量差异下的本品, 剪碎, 混匀, 取本品约 1g, 精密称定, 精密加入稀乙醇 50mL; 或取水丸适量, 研细, 取约 1g, 精密称定, 精密加入稀乙醇 100mL, 称定重量, 超声处理 30min, 加热回流 3h, 放冷, 称定重量, 用稀乙醇补足减失的重量, 静置, 取上清液, 即得。

2 含量测定

2.1 仪器与试剂

SY-8100 高压输液泵, SY-8100 紫外分光检测器 (北京北分瑞利集团公司色谱中心), 7725i 进样阀, SY-8000 系列色谱反控软件; 色谱纯甲醇 (天津化学试剂二厂), 双蒸水, 磷酸。

2.2 色谱条件

色谱柱: XB-C18 (5 μ m, 250mm \times 4.6mm)

流动相: 甲醇: 水: 磷酸=45: 55: 0.2

流速: 1.0mL/min

波长: λ =278nm

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 5 μ L

3 结果与讨论

样品在该分析条件下得到良好的分离，可以达到药典要求的分离度和理论塔板数。采用等度系统，提供稳定流量为组分的分离奠定基础；手动六通进样阀可同时进样并采集谱图，避免了保留时间的误差；反控软件直接进行各项参数的设定，操作简便。分析结果见下图。

