

高效液相色谱法测定天麻钩藤颗粒中黄芩苷的含量

摘要：天麻钩藤颗粒是由天麻、钩藤、黄芩、牛膝等多味中药加工精制而成的中药复方制剂，具有平肝熄风，清热安神之功效，用于肝炎上亢所引起的头痛、眩晕、耳鸣、眼花、震颤、失眠等症。中国药典（2010 版）对该药品做了详细的阐述，本文应用 RIGOL L-3000 高效液相色谱系统，采用药典规定的方法测定了天麻钩藤颗粒中黄芩的含量。实验证明 L-3000 高效液相色谱系统全面满足药典方法及系统适应性的要求，分析结果准确可靠。

一、引言

RIGOL L-3000 高效液相色谱仪是北京普源精仪科技有限责任公司自主研发生产的、完整的高效液相色谱系统，各项性能指标优良，整机系统稳定，广泛适用于分析检测的各个领域，在中草药分析检定领域具有良好的应用。本文参照中国药典（2010 版）中规定的方法，应用 RIGOL L-3000 高效液相色谱系统分析了天麻钩藤颗粒中黄芩的含量，得到了较为理想的实验结果。

二、实验部分

2.1 仪器及试剂

高效液相色谱仪：RIGOL L-3000 高效液相色谱系统（配 L-3300 自动进样器）（北京普源精仪科技有限责任公司）；

超纯水纯化系统：milli-Q（美国Millipore）；

天平：BT 124S（德国塞多利斯）；

粉碎机：天津泰斯特 FW80；

酸度计：PHSJ-4A（上海雷磁）；

移液枪：10-100 μ l，100-1,000 μ l（eppendorf）；

黄芩苷对照品：中国药品生物制品检定所，含量 95.2%（110715-200815）

天麻钩藤颗粒样品：市售某品牌；

其余试剂均为市售 HPLC 级或分析纯。

2.2 色谱条件

色谱柱：Rigol: Compass，C18，5 μ m，4.6 x 250mm id，

柱温：40℃；

进样量：10 μ L；

流动相：乙睛-水-磷酸（20:80:0.1）

流速：1.0ml/min

检测波长：280 nm

2.3 试样准备

2.3.1 对照品溶液的制备

取黄芩苷对照品，以 70%乙醇为溶剂配制浓度为 $50 \mu\text{g/mL}$ 的溶液，备用。

2.3.2 样品溶液的制备

取样品的细粉约 0.4 g，精密称定，置 25ml 容量瓶中，加入 70%乙醇约 20 ml，超声震荡提取 15 min 后，放冷，用同种溶剂稀释至刻度，滤过，取续滤液备用。

2.4 实验方法

在选定的色谱条件下，分别吸取对照品和供试品溶液各进样 10 μl ，测定峰面积值，按外标法计算含量。

三、结果及讨论

3.1 线性范围

以黄芩苷标准溶液所做的标准工作曲线如下：

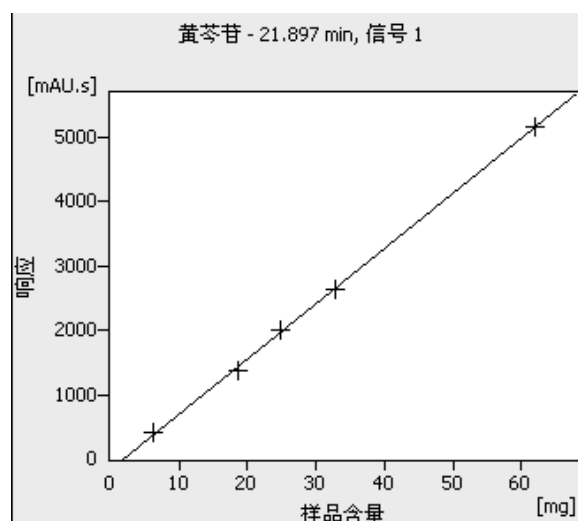


图 1 黄芩苷标准曲线图

线性方程： $Y=85.62X-156.4$ ，其中相关因子为 0.9998，说明该标准工作曲线具有良好线性范围，能够充分满足样品分析的要求。

3.2 样品测试

取天麻钩藤颗粒样品溶液，按上述色谱条件及实验方法进行高效液相色谱测定，以外标法准确计算含量，得到如下结果：

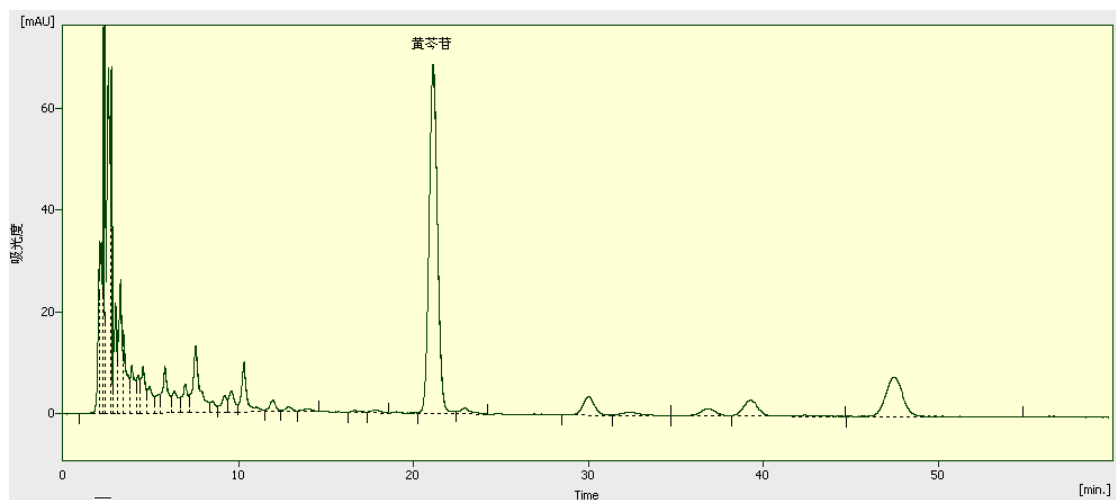


图 2 天麻钩藤样品实测 HPLC 色谱图

表 1 天麻钩藤样品实测结果

样品批号	试样浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	黄芩含量 (mg/袋)
090801	23	16.8 (药典规定不得少于 15.0)

四、结论

1. 黄芩苷 在 278nm 和 314nm 处 有 最 大 吸 收 ， 中国药典（2010版）采用 280nm是便于更好的检测到杂质峰。
2. 本方法所得的实验结果充分满足药典中关于系统适应性的要求。
3. 本方法准确度高，重复性好，可见RIGOL L-3000高效液相色谱系统完全能够达到中国药典（2010版）当中对天麻钩藤颗粒药品中黄芩含量的测试要求。