

薄层扫描法测定寿而康冲剂中黄芪甲甙的含量

许凤鸣 朱 元 王兆全(安徽省医学科学研究所 合肥 230061)

季俊虬(合肥中药厂 合肥 230041)

摘要 采用双波长薄层扫描法测定了寿而康冲剂中黄芪甲甙的含量,回收率平均值为 98.76%,变异系数为 3.04%($n=5$)。

关键词 寿而康冲剂 黄芪甲甙 薄层色谱扫描法

Determination of Astragaloside in Shouer kang Granule by TLC-Scanner

Xu Fengming, Zhu yuan, Wang Zhaoquan

(Anhui Institute of Medical Sciences, Hefei, 230061)

Ji Junqiu (Hefei Factory of TCM, Hefei, 230041)

Abstract: Astragaloside in Shouer kang Granule was quantitatively determined by dual-wavelength TLC-scanner. The average recovery of astragaloside was found to be 98.76%, with *RSD* 3.04% ($n=5$).

Key words: Shouer kang Granule, astragaloside, TLC-scanner

寿而康冲剂为中药复方制剂,由黄芪、黄精、何首乌、益母草、丹参、三七、肉桂、蛇床子和生晒参组成。该制剂具有调节机体免疫功能及抗衰老作用。处方中黄芪为君药,黄芪甲甙是黄芪中的三萜皂甙成分,药理实验表明,它具有抗炎、降压、镇痛、调节代谢等多种生理活性^[1]。故本实验采用双波长薄层扫描法,通过测定制剂中黄芪甲甙的含量来控制质量。

1 仪器与试剂

CS-930型薄层色谱扫描仪(日本岛津),定量点样毛细管(美国),高效硅胶薄层板(山东烟台),层析用中性氧化铝(上海五四化学试剂厂),黄芪甲甙对照品(中国药品生物制品检定所),寿而康冲剂(合肥中药厂),所用化学试剂均为分析纯。

2 实验条件

2.1 薄层色谱条件 展开剂:氯仿-甲醇-水(65:35:10)^[2];显色方法:喷以10%硫酸乙醇液,于105℃烘烤约5min至呈现清晰斑点。

2.2 薄层扫描条件 黄芪甲甙薄层色谱斑

点经薄层光谱扫描,在530nm波长处有最大吸收峰,在700nm处无吸收,故选定 $\lambda_s=530\text{nm}$, $\lambda_R=700\text{nm}$, $SX=3$, $Slit 0.4\times 0.4$,双波长反射式锯齿形扫描。

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备 精密称取黄芪甲甙对照品,加甲醇溶解制成每ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。

3.2 标准曲线的制备 精密吸取上述对照品溶液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 μl 分别点于同一硅胶薄层板上,按拟定条件展开、显色后,立即加盖同样大小玻璃板,用胶布固定四周,测定各斑点峰面积值。以点样量为横坐标,峰面积值为纵坐标,绘制标准曲线。求得回归方程 $Y=14321x+13109$ ($r=0.9980$, $n=6$)。实验表明黄芪甲甙在所试浓度范围(1.0~6.0 μg)内,与峰面积呈良好线性关系。

3.3 样品溶液的制备 准确称取寿而康冲剂约20g置索氏提取器中,加乙醚适量,提取2h,弃去乙醚液。药渣挥干溶剂后,用甲醇抽

提 8h, 提取液回收甲醇至尽。用适量水溶解残渣, 用水饱和正丁醇萃取 6 次 (30ml × 3, 20ml × 3), 合并萃取液, 减压回收正丁醇至尽, 用适量甲醇溶解, 通过中性氧化铝柱层析, 用 40% 甲醇冲洗, 收集洗脱液, 浓缩至干, 用甲醇溶解残渣, 定容至 10ml 备用。

3.4 稳定性试验 取样品液一定量点于薄层板上, 展开、显色后, 立即测定并在室温下每隔 30min 测定 1 次。结果表明峰面积值在 3h 内较稳定。

3.5 精密度试验 吸取上述对照品溶液各 3 μ l, 分别点于同一薄层板上, 共点样 6 个点, 展开、显色后, 测得其峰面积值分别为 57580 56742 58210 58723 57846 58944。计算变异系数 $RSD=1.39\%$ ($n=6$), 本法精密度较好。

3.6 重现性试验 取同批号样品 5 份, 按含量测定项下的方法测定样品中黄芪甲甙的含量, 分别为 1.824、1.875、1.789、1.902、1.843 μ g/5 μ l 样品液, $RSD=2.38\%$ ($n=5$), 本法重现性较好。

3.7 空白对照试验 按处方比例, 取黄芪以外各药制成冲剂作为空白对照品, 按含量测定项下的方法测定其中黄芪甲甙的含量, 结果表明空白对照品在检测波长处无吸收, 可见其它药味对本测定无干扰。

3.8 加样回收率试验 称取已知含量寿而康冲剂 5 份, 每份 20g, 准确加入黄芪甲甙对照品适量, 按样品液制备和测定方法测定黄芪甲甙含量, 其平均回收率为 98.76%, $RSD=3.04\%$ ($n=5$), 结果见表 1。

表 1 加样回收率测定结果

样品已知含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(n=5)
3.280	2.014	5.209	95.8	98.76	3.04%
3.280	1.858	5.099	97.9		
3.280	1.746	5.071	102.6		
3.280	1.794	5.008	96.3		
3.280	2.152	5.458	101.2		

3.9 样品含量测定 吸取上述样品液 5 μ l, 对照品溶液 1 μ l、4 μ l 分别交叉点于同一薄层板上, 依法展开, 显色, 进行扫描测定。计算样品中黄芪甲甙的含量, 结果见表 2。

表 2 样品中黄芪甲甙的含量

批号	测定次数	黄芪甲甙含量%(平均)
910401	3	0.017
910402	3	0.020
910403	3	0.016

4 讨论

4.1 本制剂中, 因含有脂溶性成分及其它色素类杂质, 样品需经乙醚脱脂及氧化铝吸附除杂等前处理步骤, 否则薄层图谱背景深, 干扰较大。

4.2 显色剂要喷洒均匀, 应于 105 C 烘烤至紫红色斑点出现, 立即加盖同样大小玻板, 并用胶布固定四周。鉴于烘烤时间, 要视显色剂喷洒量而定, 一般 3~5min 即可。烘烤时间过长或温度太高会发生炭化现象, 使背影色调加深, 从而影响斑点的检识及含量测定。

参考文献

- 曹正中, 俞家华, 甘立宪, 等. 膜荚黄芪苷的结构. 化学学报, 1985, 43(6): 581
- 中华人民共和国药典(一部). 北京: 人民卫生出版社, 1990. 274