

HPLC-ELSD 测定补肺丸中黄芪甲苷的含量

赵建邦, 马潇

(甘肃省药品检验所, 兰州 730000)

【摘要】 目的: 研究补肺丸中黄芪甲苷的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱-蒸发光散射 (HPLC-ELSD) 法, 以 Waters SymmetryShield™ C₁₈ 色谱柱分析; 流动相乙腈-水 (36:64); 流速 1.0 mL·min⁻¹; 漂移管温度 90 °C; 氮气压力 25 psi。结果: 黄芪甲苷在 0.367 2~2.203 2 μg 呈良好的线性关系, $r=0.999 8$; 平均回收率为 95.49%, RSD 为 2.5% ($n=6$)。结论: 该方法简便、快捷、灵敏、准确, 可作为补肺丸的质量控制方法。

【关键词】 补肺丸; 黄芪甲苷; 高效液相色谱-蒸发光散射

【中图分类号】 R284.1 **【文献标识码】** B **【文章编号】** 1005-9903(2010)14-0089-02

补肺丸由黄芪、党参、紫菀、桑白皮、熟地黄、五味子等 6 味药组成。具补肺益气, 止咳平喘之功效。用于肺气不足, 气短喘咳, 咳声低弱, 干咳痰黏, 咽干舌燥等症^[1]。原质量标准仅收载性状、显微鉴别及检查项。为更好的控制补肺丸的质量, 我们参照《中国药典》2005 年版一部黄芪项下含量测定方法^[2], 采用 HPLC-ELSD 法测定补肺丸中黄芪甲苷的含量, 该方法简便、快捷、灵敏、准确, 专属性、重复性较强, 可作为补肺丸的质量控制方法。

1 材料

1.1 仪器 Waters 高效液相色谱仪, 2420 蒸发光散射检测器 (美国 Waters)。

1.2 试剂 补肺丸 (甘肃医药集团西峰制药厂提供, 批号 060415, 060416, 060417); 黄芪甲苷 (中国药品生物制品检定所提供, 供含量测定用, 批号 110781-200512); 乙腈为色谱纯; 水为重蒸水; 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Waters SymmetryShield™ C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相乙腈-水 (36:64); 检测器蒸发光散射检测器; 漂移管温度 90 °C; 氮气压力 25 psi; 柱温室温; 流速 1.0 mL·min⁻¹。

2.2 对照品溶液的制备 取黄芪甲苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成 0.1836 g·L⁻¹ 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品, 剪碎, 混匀, 取约 18 g, 精密称定, 加硅藻土适量, 研匀, 加甲醇 100

mL, 加热回流 4 h, 滤过, 以甲醇洗涤滤器及滤渣 2 次, 每次 10 mL, 合并滤液, 蒸干, 残渣加水 20 mL, 加热使溶解, 用水饱和的正丁醇提取 4 次, 每次 40 mL, 合并正丁醇提取液, 用氨试液洗涤 2 次, 每次 40 mL, 弃去氨液, 正丁醇液蒸干, 残渣加甲醇使溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 阴性对照溶液的制备 按处方比例及工艺, 取不含黄芪的其余药材按上述供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。依法测定, 结果在测定条件下无干扰。结果见图 1。

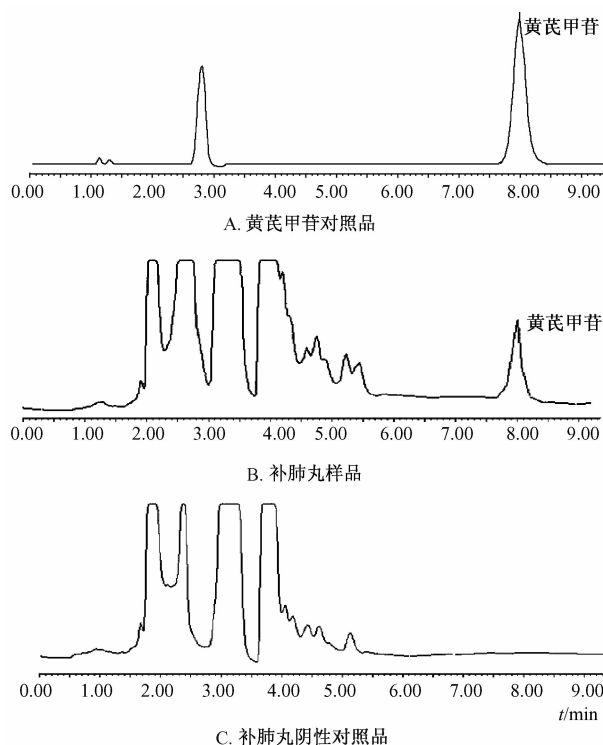


图 1 补肺丸 HPLC-ELSD 色谱图

【收稿日期】 2010-03-31

【第一作者】 赵建邦, Tel: 13919802006

2.5 线性关系考察 精密吸取黄芪甲苷对照品溶液(0.183 6 g · L⁻¹)2,5,8,10,12 μL 注入液相色谱仪,测定,以对照品的进样量取对数为纵坐标,峰面积值取对数为横坐标,作标准曲线,结果表明,黄芪甲苷在0.367 2 ~ 2.203 2 μg 呈良好的线形关系。回归方程 $Y=0.841 1X-5.797$, $r=0.999 8$ 。

2.6 精密度试验 精密吸取同一浓度对照品溶液(0.183 6 g · L⁻¹)10 μL,注入液相色谱仪,连续进样 6 次,测定黄芪甲苷峰面积,RSD 2.2%。

2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液(批号 060415),于提取后每隔 2 h 进样 1 次,结果在 8 h 内,供试品溶液中黄芪甲苷峰面积稳定,RSD 1.7%。

2.8 重复性试验 取同一批号供试品(批号 060415)按拟定的含量测定方法依法测定黄芪甲苷含量,独立测定 5 次,RSD 为 2.3%。

2.9 加样回收率试验 精密称取已知黄芪甲苷含量的供试品适量(约相当于 9 g)6 份,分别精密加入一定量的黄芪甲苷对照品溶液,按供试品溶液的制备方法依次制备、测定,结果测得黄芪甲苷的平均回收率为 95.49%,RSD 为 2.5% ($n=6$)。结果见表 1。

2.10 样品测定 按 2.3 项下方法制备供试品溶液,分别进样,测量峰面积,计算黄芪甲苷的含量,结果测得 060415,060416,060417 3 批样品中黄芪甲苷

的含量分别为 0.071,0.074,0.070 mg · g⁻¹,平均值为 0.072 mg · g⁻¹。

表 1 黄芪甲苷加样回收率试验($n=6$)

No.	称样量 /g	样品中 量/mg	加入 量/mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	9.478 9	0.673 0	0.367 2	1.019 4	94.34		
2	7.636 6	0.542 2	0.367 2	0.894 8	96.02		
3	7.563 4	0.537 0	0.367 2	0.896 4	97.88	95.49	2.5
4	8.401 4	0.596 5	0.367 2	0.938 4	93.11		
5	7.800 1	0.553 8	0.367 2	0.895 1	92.95		
6	7.447 9	0.528 8	0.367 2	0.890 9	98.61		

3 讨论

3.1 提取方法的选择 本试验分别采用超声提取 45,60,90 min 及加热回流 2,3,4,5 h 进行考察,结果加热回流 4 h 提取率最高。

3.2 流动相的确定 本试验选择了不同比例的乙腈-水系统进行流动相的选择,结果表明乙腈-水(36:64)出峰时间适中,分离效果较好。

[参考文献]

- [1] 卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂第一册,1989:91.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2005:212.

[责任编辑 顾雪竹]