

高效液相-蒸发光散射法测定解毒维康胶囊中 黄芪甲苷的含量

宗 鸣, 郭 靖, 王和平*

(黑龙江中医药大学, 黑龙江 哈尔滨 150040)

[摘要] 目的: 建立测定解毒维康胶囊中黄芪甲苷的含量方法。方法: 采用高效液相色谱法蒸发光散射检测器测定制剂中黄芪甲苷的含量。结果: 含量测定黄芪甲苷在 1.80 μ g~7.20 μ g 之间有良好的线性关系; 回收率为 100.4% (RSD=0.6%)。结论: 此定量分析方法简便, 灵敏, 可靠, 可用于该制剂的质量控制。

[关键词] 解毒维康胶囊; 黄芪甲苷; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)05-0019-02

Determination of Astragaloside-IV in Jiedu Weikang Capsules by HPLC-ELSD

ZONG Ming, GUO Jing, WANG He-ping

(Heilongjiang University of Chinese Medicine, Haerbin Heilongjiang 150040, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the method for determining astragaloside-IV of Jiedu Weikang Capsules. **Methods:** Astragaloside-IV in Jiedu Weikang Capsules was determined by an HPLC-ELSD method. **Results:** A good linear relationship between the concentration and peak area of astragaloside-IV was found within the range of 1.80~7.20 μ g. The average recovery was 100.4% and RSD was 0.6%. **Conclusions:** The method of qualitative analyses was simple, sensitive, reliable, and it can be used for qualitative control of Jiedu Weikang Capsules.

[Key words] Jiedu Weikang Capsules; astragaloside-IV; HPLC

解毒维康胶囊是由原解毒维康片剂改剂型制得, 具有清热解毒, 补益肝肾的功效, 用于白血病热毒壅盛, 肝肾不足证及放疗和化疗引起的白细胞减少等症。其处方由黄芪、绵马贯众、半枝莲、土茯苓等药物组成, 黄芪为其主药, 故对其进行了含量测定。本文采用 HPLC-ELSD 法测定解毒维康胶囊中黄芪甲苷的含量, 方法简便, 结果可靠。

1 仪器与试剂

Waters 600E 型液相色谱仪; Alltech ELSD 2000 型蒸发光散射检测器; Millennium³² 色谱工作站数据处

理系统, 均为美国产。

黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所提供, 供含量测定用, 批号: 0781-200109); 解毒维康胶囊为黑龙江中医药大学中医药研究院研制, 乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 其余试剂均为分析纯。

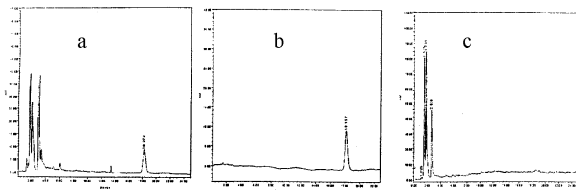
2 方法与结果

2.1 色谱条件^[1] 色谱柱 Kromasil C₁₈ 柱(4.6mm × 200mm, 5 μ m, 大连化学物理研究所填充; 流动相乙腈-水(32:68); 流速 1.0mL/min; 柱温 30℃; 高纯氮气体流速 2.5L/min; 漂移管温度 105℃; 进样量 15 μ L; 理论板数按黄芪甲苷峰面积计算不低于 2000。对照品、样品及阴性液色谱图见图 1。

2.2 溶液配制 对照品溶液的配制: 精密称取黄芪甲苷对照品适量, 加甲醇制成每 1mL 含 0.36mg 的溶

[收稿日期] 2005-07-20

[通讯作者] 王和平, Tel: (0451) 82196262; E-mail: wangheping@hljucm.net



a: 解毒维康胶囊; b: 黄芪甲苷对照品; c: 阴性液

图 1 解毒维康胶囊 HPLC 色谱图

液, 作为对照品溶液。

供试品溶液的制备: 取解毒维康胶囊内容物约 8g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加甲醇 50mL 回流提取约 8h, 至提取液近无色, 将甲醇提取液蒸干, 残渣加水 40mL 微热使溶解, 用水饱和的正丁醇提取 3 次 (40, 20, 20mL), 合并正丁醇层, 用 2% KOH 溶液洗 2 次, 每次 40mL, 弃去洗液, 正丁醇层用正丁醇饱和的水 20mL 洗一次, 分取正丁醇层, 蒸干, 残渣加甲醇溶解并定容于 10mL 量瓶中, 摇匀, 以 0.45 μ m 滤膜滤过, 即得供试品溶液。

2.3 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 5、8、10、12、15、20 μ L, 分别注入液相色谱仪, 以峰面积的自然对数为纵坐标, 以黄芪甲苷量的自然对数为横坐标, 得回归方程为: $\ln A = 10.2700 + 1.5913 \ln X$ ($r = 0.9999$) 黄芪甲苷在 1.80 μ g~7.20 μ g 之间有良好的线性关系。

2.4 精密度试验 分别精密吸取对照品溶液 10 μ L, 连续进样 5 次, 按含量测定项下色谱条件测定, 黄芪甲苷对照品 5 次峰面积积分值相对标准偏差为 1.0%, 说明精密度较高, 测定可靠。

2.5 重复性试验 取同一批号 (批号: 20030915) 样品共 5 份, 每份约 8g, 精密称定, 制备供试品溶液并测定, 试验结果表明, 5 次测定含量的 RSD 为 0.8%, 本方法的重复性较好。

2.6 稳定性实验 取供试品溶液, 分别在 0.2、4、8、12h, 精密进样 10 μ L, 峰面积相对标准偏差为 0.7% ($n = 5$), 因此样品中所测成分在 12h 内是稳定的。

2.7 加样回收率试验 取解毒维康胶囊 (批号: 20030915) 5 份, 每份约 4g, 精密称定, 分别加入黄芪甲苷对照品 1.6mg, 分别按含量测定项下制备供试品溶液及测定, 结果见表 1。

2.8 样品测定 取本品 3 批, 制备供试品溶液, 分别吸取对照品溶液 5 μ L、12 μ L 与供试品溶液 10 μ L, 注入液相色谱仪, 将峰面积和浓度均取自然对数, 以外标两点法计算, 求出供试品浓度的自然对数, 再换算出供试品的含量 (每粒 0.6g), 结果见表 2。

表 1 回收率测定数据表

供试品 取样量 (g)	黄芪甲 苷含量 (mg)	加入对 照品量 (mg)	测得黄芪 甲苷总量 (mg)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	RSD (%)
4.0375	1.5500	1.6000	3.1692	101.2		
4.3039	1.6523	1.6000	3.2475	99.7		
4.3274	1.6613	1.6000	3.2677	100.4	100.4	0.6
4.3399	1.5627	1.6000	3.1943	100.1		
4.3251	1.6604	1.6000	3.2572	99.8		

表 2 供试品含量测定数据表

批号	黄芪甲苷含量	
	(mg/g)	(mg/粒)
20030915	0.3867	0.2320
20030917	0.3848	0.2309
20030919	0.3868	0.2321

3 讨论

原方收载于《卫生部药品标准》^[2]。我们将原有片剂改制成胶囊, 目的是便于大生产、便于携带, 便于服用, 从而克服片剂附加剂过多及工艺过程复杂的缺点。

黄芪甲苷成分的紫外末端吸收较差 (200.8nm), 若用紫外检测, 受溶剂影响很大, 不易进行分析。改用蒸发光散射检测器检测, 分离效果很好, 不受溶剂影响。

黄芪甲苷的测定方法尚有薄层扫描法^[3]、香草醛—硫酸比色法^[4]和薄层层析—紫外分光光度计^[5]。扫描法稳定性和重现性相对较差, 比色法空白吸收值高, 受时间因素干扰大, 分光光度法准确度较差, 准确性均较差, 故不宜采用。近几年来, HPLC-ELSD 法测定黄芪甲苷含量的文献^[6]有报道, 其灵敏度、稳定性及重复性均能符合含量测定的要求。

[参考文献]

- [1] 王钊红, 孙永慧, 徐美术. 高效液相色谱—蒸发光散射法测定消栓通颗粒中黄芪甲苷含量[J]. 中药信息, 2004, 21(5): 64-65.
- [2] 国家药典委员会. 卫生部药品标准[S]. 中华人民共和国卫生部, WS-11062(ZD-1062)-2002.
- [3] 鲁静, 王宝劼. 黄芪甲苷的薄层扫描法测定[J]. 中成药, 1992, 14(6): 34-35.
- [4] 俞家华, 曹正中, 张勤. 膜荚黄芪中黄芪甲苷的含量测定[J]. 中药通报, 1986, 11(9): 38-39.
- [5] 王智华, 陆履雯, 王海英. 补阳还五汤冲剂的质量标准研究[J]. 中成药, 1996, 18(7): 12-14.
- [6] 马艳蓉, 刘弘, 柴国林. HPLC-ELSD 测定黄芪中黄芪甲苷含量及相关实验条件选择的探讨[J]. 现代中药研究与实践, 2003, 17(6): 17-19.