

# 薄层扫描法测定盖世力口服液中黄芪甲苷的含量

唐秀玲

(广西药品检验所, 广西 南宁 530021)

**摘要:** 目的: 提高盖世力口服液质量控制标准; 方法: 采用双波长薄层扫描法测定黄芪中黄芪甲苷的含量; 结果: 平均回收率为 97.66%, *RSD* 为 1.34%; 结论: 该方法简便、准确、重现性好, 可作为该制剂的质量控制标准。

**关键词:** 薄层扫描法; 黄芪甲苷; 含量测定; 盖世力口服液

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)01-0018-02

盖世力口服液由黄芪、红参等药味组成, 具有益气补血, 滋补肝肾, 祛瘀通络之功效。用于气血不足, 肝肾阴虚, 气虚血瘀所致诸症及冠心病、高血脂症、神经衰弱等。原标准中没有含量测定项, 黄芪为本方的君药, 为保证本品质量, 建立黄芪甲苷的含量测定方法。

据文献报道, 黄芪中黄芪甲苷的含量测定方法有薄层扫描法<sup>[1-2]</sup>、薄层比色法<sup>[3]</sup>、高效液相色谱法<sup>[4-7]</sup>等。由于本品为复方制剂, 经比较用薄层扫描法更简单, 准确度、重现性好。

## 1 仪器和试剂

岛津 CS-9301PC 型双波长薄层扫描仪(日本); CAMAG 型自动铺板器(瑞士 CAMAG 公司); 定量点样毛细管(美国); 电子分析天平(Sartorius BP211D)。黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所提供, 批号: 0781-9807, 供含量测定用); 盖世力口服液(广西邦琪药业有限公司); 硅胶 G(青岛海洋化工厂生产); CMC-Na(上海化学试剂采购站); 其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 薄层层析与扫描条件** 0.2% 羧甲基纤维素钠制备的硅胶 G 薄层板; 展开剂为正丁醇-醋酸乙酯水(4:1:5)的上层溶液-正丁醇-甲醇(10:2:1), 展开, 取出, 热风吹干; 展距约 15cm; 10% 硫酸乙醇溶液显色; 双波长反射式锯齿扫描, 测定波长:  $\lambda = 520\text{nm}$ ,  $\lambda_k = 650\text{nm}$ ; 线性化参数 SX=3; 光束狭缝: 0.4mm × 0.4mm。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取黄芪甲苷对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液。

**2.3 稳定性试验** 样品展开显色后, 每隔 30min 测定一次, 结果样品在 180min 内峰面积积分值稳定, 计算 *RSD* = 2.44% (*n* = 7)。

**2.4 标准曲线的制备** 精密吸取对照品溶液 1.3、5.7、9 $\mu$ l, 分别点于同一薄层板上, 依本法展开、测定。线性方程为:  $Y(\text{峰面积}) = 201.69X(\mu\text{g}) + 35.28$ ,  $r = 0.9993$ , 表明黄芪甲苷在 0.4996 ~ 4.4964 $\mu$ g/范围内线性关系良好。

**2.5 阴性试验** 按处方比例称取缺黄芪的其他药味, 按标准规定的制法制得阴性药液, 按供试品溶液的制备方法制得阴性对照液。再按样品测定方法测定, 结果其他药味对黄芪甲苷测定无干扰。

**2.6 精密度试验** 仪器精密度试验: 依本法对黄芪甲苷斑点连续扫描 5 次, 计算 *RSD* = 0.93% (*n* = 5)。同板精密度试验: 依本法对同一薄层板上 5 个相同点样量的黄芪甲苷斑点进行扫描测定。计算 *RSD* = 2.63% (*n* = 5)。板间精密度试验: 依本法对不同薄层板相同点样量的黄芪甲苷斑点进行扫描测定, 计算 *RSD* = 1.72% (*n* = 5)。

**2.7 重复性试验** 按供试品测定方法对同一批号样品平行测定 5 次, 平均值 0.49mg/支, 计算 *RSD* = 1.50% (*n* = 5)。

**2.8 加样回收率试验** 精密吸取已知含量的盖世力口服液 5 份, 分别加入一定含量的黄芪甲苷对照品溶液, 按样品测定方法提取并展开扫描测定, 结果见表 1。平均回收率为 97.66%, *RSD* = 1.34% (*n* = 5)。

**2.9 供试品溶液的制备和测定** 取装量差异项下的样品, 混匀, 精密量取 25ml, 用水饱和的正丁醇振荡提取 5 次(25, 25, 25, 25, 20ml), 合并正丁醇液, 用氨试液提取 3 次, 每次 40ml, 弃去氨试液, 继用正丁

醇饱和的水 40ml 提取, 取正丁醇液, 蒸干, 残渣用甲醇溶解并移至 2ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。精密吸取供试品 4 $\mu$ l, 对照品 2 $\mu$ l 和 4 $\mu$ l, 分别交叉点于同一薄层板上, 按薄层层析与扫描条件层析和扫描测定, 以外标两点法计算含量, 结果见表 2。

表 1 回收率测定结果

序号	样品中黄芪甲苷含量( $\mu$ g)	加入量( $\mu$ g)	黄芪甲苷测得量( $\mu$ g)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.984	0.8208	1.780	96.98		
2	0.984	0.8208	1.786	97.71		
3	0.984	0.8208	1.778	96.73	97.66	1.34
4	0.984	0.8208	1.780	96.98		
5	0.984	0.8208	1.804	99.90		

表 2 样品测定结果

批号	黄芪甲苷含量(mg/支)	平均值	相对平均偏差(%)
20010610	0.457	0.454	0.33
20010611	0.492	0.488	0.41
20010612	0.500	0.483	1.73
20010623	0.449	0.460	1.21
20010624	0.394	0.412	2.23
20010625	0.435	0.456	2.23
20010705	0.466	0.468	0.21
20010711	0.560	0.554	0.54
20010703	0.517	0.506	1.08
20010714	0.508	0.506	0.20

### 3 讨论

3.1 本品为复方制剂, 所含成分相互干扰大, 曾参照《中国药典》2000 年版一部黄芪、三七、人参项下的

薄层色谱条件<sup>[8]</sup>及复方扶芳藤合剂项下黄芪甲苷薄层展开条件<sup>[8]</sup>, 均未获得良好的分离, 经反复对比, 以正丁醇-醋酸乙酯-水(4:1:5)的上层溶液-正丁醇-甲醇(10:2:1)为展开剂, 能使黄芪甲苷与其他成分分离, 斑点圆整。该法平均回收率 97.66%, RSD = 1.34%, 重现性好(RSD = 1.50%), 样品测定准确, 操作简便。

3.2 黄芪为本品的君药, 黄芪甲苷为其主要活性成分, 本实验建立了黄芪含量测定方法, 可有效地控制本品质量。

#### 参考文献:

- [1] 李玲, 苏健, 三宝琴. 黄芪及其复方制剂中黄芪甲苷薄层扫描法测定[J]. 中成药, 1993, 15(6): 10.
- [2] 常增荣, 张小茜, 周富荣. 薄层扫描法测定黄芪及制剂中黄芪甲苷的含量[J]. 中国中药杂志, 1995, 20(8): 482.
- [3] 朱培春, 陈志成. 薄层-比色法测定黄芪甲苷含量[J]. 基层中药杂志, 1996, 10(1): 35.
- [4] 王静竹, 闫汝南, 关莹, 等. HPLC 法测定黄芪炮制品中黄芪甲苷含量[J]. 中国中药杂志, 1998, 23(2): 84.
- [5] 付铁军, 李伯刚, 及元乔, 等. 高效液相色谱法测定黄芪注射液中黄芪甲苷的含量[J]. 天然产物研究与开发, 1997, 9(4): 53.
- [6] 阎汝南, 王静竹, 刘舒平, 等. HPLC 法测定黄芪中黄芪甲苷的含量[J]. 中国中药杂志, 1998, 23(7): 398.
- [7] 田南卉, 杨国红, 方颖, 等. 高效液相色谱法蒸发散射检测器测定黄芪和制剂中黄芪甲苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2000, 20(3): 199.
- [8] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 249, 6, 10, 520.