

养正合剂中黄芪甲苷含量的测定

王小明 赵满琼¹ 叶向阳(衢州 324000 浙江康德药业有限公司;¹ 衢州 324004 浙江巨化集团公司制药厂)

摘要 目的: 建立养正合剂中黄芪甲苷的含量测定方法。方法: 采用薄层扫描法进行测定, 检测波长 $\lambda_s = 400\text{nm}$, 参比波长 $\lambda_R = 700\text{nm}$ 。结果: 本方法线性方程为 $y = 1851.4x - 4762.8$, $r = 0.9988$ ($n = 5$), 线性范畴 $2 \sim 10\mu\text{g}$; 平均加样回收率 96.89% , $\text{RSD} = 1.87\%$ ($n = 6$)。结论: 建立了养正合剂的含量测定方法, 方法准确, 重现性好。

关键词 养正合剂、黄芪甲苷; 薄层扫描法

Determination of astragaloside in Yangzheng Heji

Wang Xiaoming (Wang XM), Zhao Manqiong (Zhao MQ), Ye Xiangyang (Ye XY) (Zhejiang Kangde Pharmaceutical Co, LTD, Quzhou 324000)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish a method for the determination of astragaloside in Yangzheng Heji. **METHOD:** TLC scanning method was selected to determine the contents, $\lambda_s = 400\text{nm}$, $\lambda_R = 700\text{nm}$. **RESULTS:** The regression equation was $y = 1851.4x - 4762.8$, $r = 0.9988$ ($2 \sim 10\mu\text{g}$). The average recovery is 96.89% , ($\text{RSD} = 1.87\%$). **CONCLUSION:** An accurate method for determination astragaloside in Yangzheng Heji was obtained.

KEY WORDS Yangzheng Heji, astragaloside, TLC scanning

养正合剂是由黄芪、人参等药材制成的合剂,具益气健脾、滋养肝肾,提升白细胞作用,为更好地控制产品的质量,建立了薄层扫描法测定其黄芪甲苷含量。本品已于一九九六年通过卫生部评审,并获新药证书。

1 仪器与试剂

日本岛津 CS-9000 型薄层扫描仪;硅胶 G 薄层板(10×20cm);试剂:氯仿、甲醇等均为分析纯;黄芪甲苷对照品由中国生物制品鉴定所提供(批号为 781-9203);养正合剂(浙江衢州制药总厂)。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液与对照品溶液的制备

2.1.1 供试品溶液的制备

精密吸取养正合剂 20ml,以水饱和的正丁醇萃取 3 次(20、20、20ml),合并正丁醇提取液,以氨试液洗 2 次,合并正丁醇层。氨试液层以水饱和的正丁醇洗 2 次(10ml,10ml),正丁醇层与前次正丁醇层合并减压回收正丁醇至干,用 3~5ml 水溶解至 D₁₀₁ 大孔树脂柱上(Φ1.5×12cm),分别以 50ml 水,40% 乙醇冲洗,弃去洗脱液,再用 70% 乙醇 50ml 洗脱,收集洗脱液(洗脱速度为 3~4ml/min),蒸干,以适量甲醇溶解,定容至 2ml,摇匀,作为供试品溶液。

2.1.2 对照品溶液的制备

精密称量黄芪甲苷对照品,用甲醇溶解、定容,制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.2 薄层色谱仪扫描条件

取供试品上清液 4.0~10.0μl,对照品溶液 4μl(低剂量),8μl(高剂量),间隔点于硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(65:35:10,下层)为展开剂,展开,取出,晾干,喷 10% 硫酸乙醇液,105℃ 烘 5min。盖上玻璃板,胶布密封,放置 0.5h 后,扫描测定,检测波长 λ_d=400nm,参比波长 λ_R=700nm,反射锯齿扫描,按外标两点法计算含量(仪器其它参数 SX=3;SLIT=2×2mm;DELT Y=0.5)。

2.3 线性关系

精密吸取对照品溶液 2、4、6、8、10μl,点于同一薄层板上,按拟定条件展开,显色,放置 0.5h 后扫描测定。以对照品为横坐标,斑点峰面积积分值为纵坐标作图,求得回归方程为: y=1851.4x-4762.8, r=0.9988(n=5)。结果表明,在 2~10μg 范围之内,点样量与峰面积呈现良好的线性关系。

2.4 空白试验

取缺黄芪处方,按工艺制成缺黄芪的阴性制剂。按 2.1.1 项步骤操作,即得缺黄芪的空白供试液。取缺黄芪的空白供试液、对照品溶液、供试品溶液,点于同一薄层板上,展开,取出、显色、扫描。

结果表明,缺黄芪的空白供试液在黄芪甲苷斑点相应位置无斑点,扫描图谱无干扰。

2.5 稳定性试验:

取对照品溶液点于薄层板上,展开,晾干后扫描测定,并在室温下每隔 30min 扫描一次。结果在 0.5~2.5h 内,峰面积积分值基本不变(18342,18347,19110,18564,18148),

RSD=1.96%。

2.6 精密度试验

2.6.1 同板精密度 精密吸取对照品溶液 6.0μl 在同一薄层板上点 5 个相同量点,依法测定,峰面积积分值分别为 8127,8472,8317,8545,8512, RSD=2.06%(n=5)。

2.6.2 异板精密度 精密量取相同量的同一供试品溶液,分别点于 5 块薄层板上,依法测定,峰面积积分值分别为 16431,15586,16602,15793,16229, RSD=2.65%(n=5)。

2.7 回收率试验

取已知含量的一批养正合剂(批号 931213,含量 0.046mg/ml) 20ml,置分液漏斗中,精密加入一定量的黄芪甲苷对照品,按 2.1.1 项下方法处理样品,并进行测定,计算回收率,结果见表 1。

表 1 加样回收率试验结果

样品黄芪甲苷量 /mg	对照品加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
0.92	0.31	1.213	94.52	96.89	1.87
0.92	0.53	1.429	96.04		
0.92	0.76	1.645	95.39		
0.92	0.93	1.837	98.60		
0.92	1.12	2.017	97.95		
0.92	1.37	2.274	98.83		

表 2 养正合剂中黄芪甲苷含量测定结果

批号	含量(mg/ml)
931207	0.036
931208	0.031
931209	0.030
931210	0.050
931211	0.055
931213	0.046

2.8 样品的含量测定

取本品六批样品,按 2.1 项下方法制备对照品和供试品溶液,点样、展开、晾干、显色、扫描,计算出六批样品黄芪甲苷含量(每个批号测定两次,取平均值)。结果见表 2。

根据实验结果,考虑到大生产因素,暂定本品黄芪甲苷含量不得低于 0.028mg/ml。

3 讨论

黄芪甲苷含量测定方法文献报道很多,有 HPLC 法^[1],更常用的是薄层扫描法^[2~4]。本实验采用薄层扫描法测定养正合剂中黄芪甲苷的含量。

养正合剂中黄芪为君药,所含黄芪甲苷不仅为黄芪的特征成分,而且也是有效成分,实验中所采用方法,通过正丁醇的萃取、氨试液、40% 乙醇的洗涤,去除了大部分水溶性色素等杂质的干扰,因而测定结果较满意,回收率达 96.89%。

参考文献

1 尹华. HPLC 法测定壮腰康复合剂中黄芪甲苷的含量. 中国现

代应用药学杂志, 1999, 16(4): 55.

2 李 玲, 苏 健, 王宝琴. 黄芪及其复方制剂中黄芪甲苷的薄层扫描法测定. 中成药, 1993, 15(6): 11.

3 罗本宏, 罗顺德. 薄层扫描法测定生血素口服液中黄芪甲苷的

含量. 现代应用药学, 1993, 10(2): 37.

4 金樟照, 王灵杰, 吴茹君. 薄层扫描法测定黄芪生脉颗粒中黄芪甲苷含量. 中国现代应用药学杂志, 1998, 15(4): 44.

收稿日期: 2000- 11- 08