

HPLC-ELSD 测定复方参芪软胶囊中黄芪甲苷的含量

王春艳¹, 杨建春¹, 于庆坤¹, 张琦¹, 潘卫三² (1.唐山市妇幼保健院, 河北 唐山 063000; 2.沈阳药科大学药学院, 沈阳 110016)

摘要:目的 建立以高效液相色谱-蒸发光散射检测法测定复方参芪软胶囊中黄芪甲苷含量的方法。方法 色谱柱为 Agilent Hypersil ODS, 流动相为乙腈-水(35:65), 流速为 $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, 进样量为 $20 \mu\text{L}$; 蒸发光散射检测器条件: 载气(压缩空气)压力为 0.32 MPa , 载气流量: $2.6 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 漂移管温度为 $108 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。结果 黄芪甲苷进样量的线性范围为 $0.4024 \sim 4.0240 \mu\text{g}$ ($r=0.9998$); 平均回收率为 100.02% ($\text{RSD}=1.41\%$)。结论 该方法准确度高、专属性强, 可用于该制剂中黄芪甲苷的含量测定。

关键词: 高效液相色谱-蒸发光散射检测法; 复方参芪软胶囊; 黄芪甲苷; 含量测定

中图分类号: R917.101; R927.2

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)09-0846-03

作者简介: 王春艳, 女, 硕士, 副主任药师 Tel: (0315)3726722

E-mail: langri654@sina.com

Content Determination of Astragaloside in Compound Shenqi Soft Capsule by HPLC-ELSD

WANG Chunyan¹, YANG Jianchun¹, YU Qingkun¹, ZHANG Qi¹, PAN Weisan²(1.The Women and Children's Hospital of Tangshan, Tangshan 063000, China; 2.Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC-ELSD method for the determination of astragaloside in compound shenqi soft capsule. **METHODS** The samples were determined by HPLC-ELSD on an Agilent Hypersil ODS column using acetonitrile-water(35 : 65) as the mobile phase at a flow rate of 1.0 mL·min⁻¹. The injection volume was 20 μL. The ELSD conditions were as follows: pressure of compressed air was 0.32 MPa, the flow rate of compressed air was 2.6 L·min⁻¹, drift temperature was 108 °C. **RESULTS** The linear range of astragaloside was 0.402 4–4.024 0 μg (*r*=0.999 8) and the average recovery rate was 100.02%(RSD=1.41%). **CONCLUSION** The method is accurate, specific and applicable for the determination of astragaloside in compound shenqi soft capsule.

KEY WORDS: HPLC-ELSD; compound shenqi soft capsule; astragaloside; content determination

复方参芪软胶囊处方由黄芪、白术、太子参、炒麦芽、防风 5 味中药组成,是在著名古方剂“玉屏风散”的基础上加味而成,具有益气健脾,固表止汗的功效。软胶囊剂崩解后在肠道内直接吸收、无需溶解过程,具有生物利用度高、药物稳定性好、服用方便的优点。本试验选择黄芪中有效成分黄芪甲苷作为指标性成分,在其相关分析和质量控制方法的基础上,建立了以高效液相色谱-蒸发光散射检测法(HPLC-ELSD)测定复方参芪软胶囊中黄芪甲苷含量的方法。结果表明,该方法准确度高、专属性强、重复性好,可用于该制剂的质量控制。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司); Alltech 2000ES 蒸发光散射检测器[美国奥泰科技(中国)有限公司]; WM-2H 型无油气体压缩机(天津市医疗器械二厂); BP-211D 电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司)。

黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号: 110781-200512; 纯度: 100%); 复方参芪软胶囊(唐山市妇幼保健院自制,批号: 090124, 090126, 090127); 甲醇、乙腈为色谱纯,其他试剂为分析纯。

2 方法与结果^[1]

2.1 色谱条件^[2]

色谱柱: Agilent Hypersil ODS (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(35 : 65); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 柱温: 25 °C; 进样量: 20 μL。蒸发光散射检测器条件: 漂移管温度: 108 °C; 载气(压缩空气)流量: 2.6 L·min⁻¹; 压力: 0.32 MPa。

2.2 样品溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取黄芪甲苷 10.06 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至

刻度, 制得浓度为 0.402 4 mg·mL⁻¹ 的黄芪甲苷贮备液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取软胶囊内容物 2.4 g, 精密称定, 加甲醇 30 mL, 超声提取 30 min, 提取液滤过, 用甲醇 20 mL 分次洗涤, 合并甲醇液, 水浴蒸干, 残渣加水 10 mL, 微热使溶解, 用水饱和的正丁醇振摇提取 4 次, 每次 40 mL, 合并正丁醇液, 用氨试液充分洗涤 2 次, 每次 40 mL, 弃去氨液, 正丁醇液蒸干, 用甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.3 空白溶液的制备 依处方量称取除黄芪外的其他药材提取物和辅料, 按“2.2.2”项下方法制备软胶囊空白溶液。

2.3 专属性试验

分别吸取供试液、对照品溶液和空白溶液各 20 μL, 注入高效液相色谱仪, 按“2.1”项下色谱条件进行测定。结果表明, 黄芪甲苷测定不受干扰, 该方法专属性强, 色谱图见图 1。

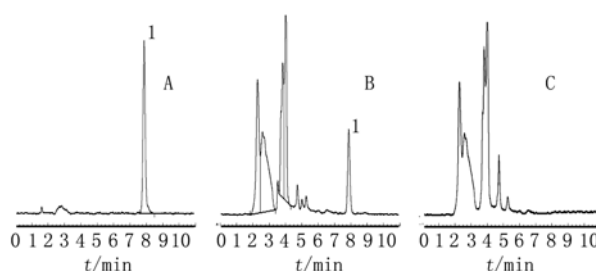


图 1 黄芪甲苷高效液相色谱图

A-对照品; B-样品; C-空白

Fig 1 HPLC chromatogram of astragaloside in different samples

A-control substance; B-sample; C-blank

2.4 标准曲线的制备

精密吸取黄芪甲苷贮备液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL, 置 10 mL 量瓶中并用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别精密吸取 20 μ L 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 量取峰面积, 以进样量(μ g)的自然对数为横坐标, 峰面积的自然对数为纵坐标, 绘制标准曲线。得黄芪甲苷的线性回归方程为 $Y=9.572\ 2+1.130\ 5\ X(r=0.999\ 8)$ 。结果表明, 黄芪甲苷在 0.402 4~4.024 0 μ g 内有良好的线性关系。

2.5 稳定性试验

取供试品溶液, 室温下放置, 分别于 0, 2, 4, 8, 12 h 精密吸取 20 μ L 注入液相色谱仪, 测定。结果表明, 12 h 内待测组分峰面积无明显变化 ($RSD=2.33\%$, $n=5$), 说明供试品稳定性良好。

2.6 仪器精密度试验

精密吸取对照品溶液($0.103\ 9\ \text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$), 重复进样 6 次, 测得黄芪甲苷的峰面积 $RSD=1.34\%$, 结果表明仪器精密度良好。

2.7 重复性试验

取同一批供试品 6 份, 按“2.2.2”项下方法处理, 进样测定, 结果黄芪甲苷含量的 RSD 为 $2.40\%(n=6)$, 说明方法重复性良好。

2.8 回收率试验

采用加样回收法。取软胶囊内容物, 精密称定, 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液 5 份, 分别加

入黄芪甲苷对照品, 测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率试验结果($n=5$)

Tab 1 Results of recovery test ($n=5$)

样品含量/ μ g	加入量/ μ g	测得量/ μ g	回收率/ %	RSD/%
1.37	0.201	1.568	98.5	1.41
1.37	0.403	1.782	102.2	
1.37	0.806	2.179	100.4	
1.37	1.613	2.971	99.3	
1.37	2.419	3.780	99.7	

2.9 样品测定

取 3 批样品, 按“2.2.2”项下方法处理, 进样测定, 计算含量。结果表明, 3 批样品的黄芪甲苷含量分别为 0.164, 0.171, 0.159 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。

3 讨论

复方参芪软胶囊是在医院制剂复方参芪颗粒的基础上, 研制开发的中药新剂型。本研究建立了 HPLC-ELSD 测定黄芪甲苷含量的方法, 为“复方参芪软胶囊”这一剂型的研究提供了可靠而适用的分析方法与评价手段。

REFERENCES

- [1] Ch.P (2005) Vol I (中国药典 2005 年版.一部)[S]. 2005: 212-213.
- [2] ZHOU H B, GE X M, FANG Z J, et al. Content determination of astragaloside in Yupingfeng granules by HPLC-ELSD [J]. J Chin Med Mater (中药材), 2007, 30(6): 739-740.

收稿日期: 2009-11-10