

参考文献:

- [1] 中国药典2000版. 二部[S]. 附录2000:85.
 [2] 中华人民共和国国家药品监督管理局标准(试行), WS-509

- (X-434)-2001 阿奇霉素注射液
 [3] 中国药品检验标准操作规范[S]. 2000:389.

收稿日期:2004-09-13

高效液相色谱法测定脑脉通口服液中的黄芪甲苷

王建核(浙江省余姚市人民医院,浙江 余姚 315400)

摘要 目的: 建立脑脉通口服液中黄芪甲苷的含量测定方法。**方法:** 采用高效液相色谱方法,以 YWG-C₁₈ 色谱柱为固定相;乙腈-0.15%磷酸(1:2)为流动相;UV 检测,检测波长为 205nm;流速为 1.0mL/min。**结果:** 回收率分别为 92.4%~97.3%。RSD 为 1.5%,能满足质量标准的控制要求。**结论:** 该方法简便可行,准确可靠

关键词 脑脉通口服液;黄芪甲苷;高效液相色谱法

中图分类号:R927.2 文献标识码:B 文章编号:1006-0111(2005)06-0364-02

Determination of astragaloside in Naomaitong oral liquid by HPLC

WANG Jian-he(People's Hospital of Yuyao, Yuyao 315400, China)

ABSTRACT Objective: To establish a HPLC method for determination of astragaloside in Naomaitong oral liquid. **Methods:** Astragaloside can be determined on YWG-C₁₈ with the mobile phase consisted of acetonitrile-0.15% H₃PO₄ (1:2) and detected by UV at 205nm. **Results:** The average recovery was 92.4%~97.3%, RSD was 1.5%. **Conclusions:** The method is accurate and simple.

KEY WORDS Naomaitong oral liquid; Astragaloside; HPLC

脑脉通口服液是由生黄芪、红花、桃仁等多种中药材组方炮制而成的中药口服液。临床药理证明具有益气扶正;活血化淤,改善脑微循环等作用,现在主要用于治疗脑梗塞等疾病。黄芪为组方中的主药,黄芪甲苷为其主要成分,药理试验证明^[1] 黄芪甲苷具有抗炎、降压、镇痛、镇静等作用,因此,黄芪甲苷作为脑脉通口服液主要功效成分,其含量的高低直接影响脑脉通口服液的质量。测定黄芪甲苷的方法有很多^[2],有薄层法和高效液相色谱法。但基本都是测定单味药材中的黄芪甲苷,复方中用高效液相色谱法测定黄芪甲苷未见报道。为有效控制脑脉通口服液的质量,对脑脉通口服液中黄芪甲苷进行了定性定量的研究,建立了高效液相色谱法鉴定黄芪质量及测定黄芪甲苷的方法

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪;配有 Waters-486 紫外可调波长检测器和 746 型数据处理系统。黄芪甲苷标准品(中国药品生物制品检定所),脑脉通口服

液(上海实业联合集团药业有限公司),乙腈(高效液相色谱级,上海国药集团化学试剂有限公司),乙醇(分析纯,上海国药集团化学试剂有限公司),磷酸(分析纯,上海国药集团化学试剂有限公司),D₁₀₁ 大孔树脂(天津市制胶厂)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:Waters spherical C₁₈ 分析柱(5μm;150×3.9mm);流动相:乙腈-0.15%磷酸(1:2);流速:1.0mL/min;紫外检测波长 205nm

2.2 样品的制备 准确量取脑脉通口服液 200mL,将其加热浓缩至 5mL 左右,移至 25mL 量瓶中,用水定容到刻度,准确量取 5.0mL 加在 D₁₀₁ 大孔树脂柱(30×15mm),先用 50mL 水洗脱,再用 40% 的 50mL 乙醇洗脱,收集洗脱液,蒸去溶剂,残渣用 5mL 流动相溶解,以备用。

2.3 流动相的选择 黄芪甲苷在紫外区吸收低(200.8nm),流动相只能选择乙腈系统。根据文献^[3] 所述,流动相中乙腈和水的比例为 2:1,因此流动相系统难以将黄芪甲苷与样品中的杂峰分离到基线,如减少乙腈的比例,保留时间增长,黄芪甲苷

的峰形加宽并拖尾。为此,在流动相中加少量磷酸来调节流动相中 pH 值(3.8),经过实验,流动相系

统为乙腈-0.15%磷酸(1:2)时样品中杂质峰与黄芪甲苷得到了很好的色谱图,见图1和图2。

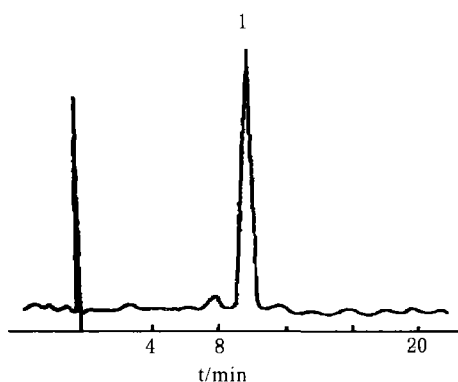


图1 黄芪甲苷标准品的色谱图
1-黄芪甲苷

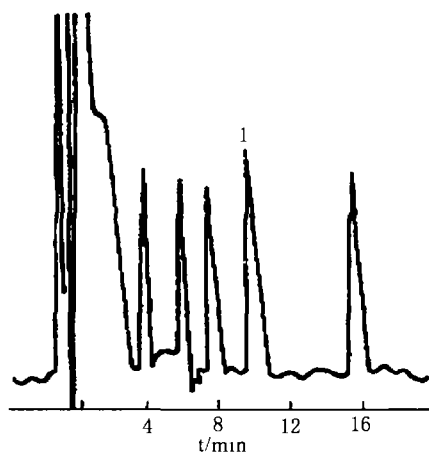


图2 脑脉通口服液样品的色谱图
1-黄芪甲苷

2.4 标准溶液的制备 准确称取黄芪甲苷标准品,用流动相溶解,配成0.5mg/mL的标准溶液。

2.5 黄芪甲苷线性范围的测定 用黄芪甲苷标准溶液(0.5mg/mL)配制成不同浓度的系列标准溶液。进样浓度为0.05~0.5mg/mL时,得回归方程: $Y = 32078 + 69752X, r = 0.9996$ 。

2.6 回收率与精确度 取批号为03045的脑脉通口服液3份,按3个不同浓度加黄芪甲苷对照品,按上述样品制备方法制得待测液,测定回收率和重复性,其回收率和精密度结果见表1。

表1 标准品的回收率和精密度

黄芪甲苷加入量 (mg/100mL)	实测量 (mg/100mL)	回收率 (100%)	相对误差(%) (n=6)
1.00	0.92	92.0	1.42
2.00	1.94	97.0	1.61
5.00	4.86	97.2	1.38

表2 脑脉通口服液中黄芪甲苷的含量(n=4)

批号	黄芪甲苷含量(mg/mL)	RSD(%)
02017	28.12	1.40
03045	27.96	1.32
04023	28.52	1.34
空白样品	0	0

2.7 脑脉通口服液中黄芪甲苷含量的测定 为了鉴别脑脉通口服液中黄芪与测定黄芪甲苷的含量,在确定的色谱分析条件下,分别对3个批号脑脉通

口服液和一未加黄芪甲苷的空白样品进行了分析,结果见表2

3 讨论

据文献记载,黄芪甲苷含量测定方法有比色法^[1]、分光光度法^[5]、薄层扫描法^[6]等,但高效液相色谱法测定黄芪甲苷方法简便快捷,精密性好,回收率高^[7],成为中药制剂质量监控的一种有效手段。从样品测定结果可以看出,3个批号脑脉通口服液中黄芪甲苷含量均在28mg/mL。该方法的相对误差也是稳定的。该方法可以用来很好的控制脑脉通口服液中黄芪甲苷的含量

参考文献:

- [1] 韩桂茹,张国恩.中风安口服液质量标准的研究[J].中国药学杂志,1997,32(7):427.
- [2] 王宝琴.黄芪中黄芪甲甙的检测在中药质量中的应用[J].中国中药杂志,1986,21(3):161
- [3] 王宝琴.中成药质量标准与标准物质研究[M].中国医药科技出版社,1994:536.
- [4] 熊义涛,蒋启明,陶福华.夕阳春口服液中黄芪甲甙的含量测定[J].中国医院药学杂志,1995,15(12):553
- [5] 杜微.黄芪中黄芪甲甙的提取及含量测定[J].时珍国药研究,1996,7(4):217.
- [6] 李玲,苏健,王宝琴.黄芪及其复方制剂中黄芪甲甙的薄层扫描法测定[J].中成药,1993,15(6):10.
- [7] 尹华.HPLC法测定壮颈康复合剂中黄芪甲苷的含量[J].中国现代应用药学,1999,16(4):55.

收稿日期:2005-07-14