

高效液相色谱法测定肺痿颗粒中黄芪甲苷的含量

宋振民¹ 李菁² 徐田田¹ 郭莹¹ 王娟¹

(1. 聊城市人民医院, 山东 聊城 252000; 2. 山东省职业病防治院, 山东 济南 250002)

摘要:目的 建立肺痿颗粒中黄芪甲苷的含量测定方法。方法 采用高效液相色谱法-蒸发光散射检测器(HPLC-ELSD法)对方中君药黄芪中黄芪甲苷的含量进行测定。结果 应用所建立的方法对样品进行定量分析,黄芪甲苷浓度在71.4~357.0 $\mu\text{g/mL}$ 范围之间其对数值与峰面积对数值呈良好的线性关系,平均回收率为97.10%,RSD为0.91%。供试品溶液在12小时内峰面积RSD为0.76%。结论 该测定方法重现性好,结果准确可靠,操作简便,可用于肺痿颗粒中黄芪甲苷的含量控制。

关键词:高效液相色谱-蒸发光散射检测器法;肺痿颗粒;黄芪甲苷;含量测定

中图分类号:R284 文献标识码:A 文章编号:2096-1340(2017)03-0085-04

DOI:10.13424/j.cnki.jsctcm.2017.05.029

肺痿颗粒为临床验方,由黄芪、沙参、丹参、杏仁、人参、瓜蒌、玄参等药材等组成。经研究,肺痿颗粒可显著降低肺癌脑转移患者唾液酸水平,提高患者的治疗效果^[1]。黄芪为方中主要药味,黄芪皂苷是其主要活性成分^[2]。现参照《中国药典》2015年版一部黄芪药材及原制剂标准项下含量测定方法^[3-4],采用高效液相色谱法测定黄芪中黄芪甲苷含量,方法简单、准确性高。

1 仪器与试药

1.1 仪器 AE₂40型电子分析天平(瑞士METTLER),Agilent1200高效液相色谱仪(美国安捷伦),蒸发光散射检测器(Alltech 2000 ELSD);C18(100mm×4.6mm,5 μm)色谱柱(Inertex)。

1.2 试药 黄芪甲苷对照品(中国食品药品检验研究院,批号110781-201613);肺痿颗粒(每袋10克,由聊城市人民医院提供,批号:20160915,20160916,20160917,20160918,20160919),无黄芪的阴性肺痿颗粒(由聊城市人民医院提供,批号:20160922);乙腈为色谱纯,水为自制重蒸馏水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;乙腈-水(30:70)为流动相;蒸发光散射检测器检测。SC温度60℃;DT温度90℃;流速:

1.0mL/min;柱温:30℃^[5]。理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于2500。

2.2 溶液的制备

2.2.1 标准品溶液的制备 称取黄芪甲苷对照品18mg(17.85mg),精密称定,置25mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取样品适量,研细,称取约5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加甲醇50mL,超声处理(120W,40kHz)30分钟,滤过,残渣用10mL甲醇洗涤,合并滤液与洗涤液,蒸干,残渣加水20mL使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取4次,每次20mL,合并正丁醇液,用氨试液20mL分2次洗涤,弃去洗液,用正丁醇饱和的水20mL分2次洗涤,取正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇适量使溶解,移至5mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得^[6-7]。

2.2.3 阴性溶液的制备 取按处方工艺制得的无黄芪的阴性样品适量,按照2.2.2项下供试品溶液的制备方法制得阴性对照溶液。

2.3 方法学考察

2.3.1 线性关系的考察 分别精密移取标准品溶液1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL各置10mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,作为对照品溶液,分别吸取上述对照品溶液,进样(20 μL 定量