

薄层扫描法测定童康片中黄芪甲苷的含量

梁从庆, 周 璇, 宋粉云, 钟兆健

(广东药学院, 广东 广州 510224)

摘要: 目的: 测定童康片中黄芪甲苷的含量。方法: 薄层扫描法。结果: 黄芪甲苷平均回收率为 93.0%, RSD 为 2.66% ($n=6$)。结论: 该法可用于童康片中黄芪甲苷的含量测定。

关键词: 童康片; 黄芪甲苷; 薄层扫描法

中图分类号: R284.2 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)05-0009-02

童康片是由黄芪、白术等 6 味药材制成的成方制剂, 具有补肺固表, 健脾益胃, 提高机体免疫功能等作用。用于体虚多汗, 易患感冒, 倦怠乏力, 食欲不振等治疗。该产品现行标准^[1]只收录了常规定性反应, 未建立含量测定方法。黄芪为本方的君药, 黄芪甲苷为黄芪的特征性有效成分, 故选择黄芪甲苷作为控制本品质量的指标成分, 以薄层扫描法测定童康片中黄芪甲苷含量。

1 仪器与试药

岛津 CS9301 薄层色谱扫描仪(日本岛津公司)。薄层自动铺板器(重庆新力实验电器厂)。硅胶 G(青岛海洋化工厂)。黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所)。童康片(广州市市桥药业有限公司)。所用试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 样品液制备

2.1.1 对照品溶液的制备 取黄芪甲苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1mL 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 取本品 40 片, 除去糖衣, 精密称定, 研细, 取 8.5g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加甲醇 40mL, 冷浸过夜, 再加甲醇 60mL, 回流 4h, 提取液回收甲醇并浓缩至干, 残渣加水 10mL, 微热使溶解, 用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次, 每次 20mL, 合并正丁醇提取液, 用氨试液提取 2 次, 每次 20mL, 弃去氨液, 正丁醇液蒸干, 残渣加水 5mL 使溶解, 放冷, 通过 D₁₀₁ 型大孔吸附树脂柱(内径 1.5cm, 长 15cm), 以水 70mL 洗脱, 弃去水液, 再用 40% 乙醇 40mL 洗脱, 弃去 40% 乙醇洗脱液, 继用 70% 乙醇

100mL 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 用甲醇溶解, 并转移至 2mL 量瓶内, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.1.3 阴性对照液的制备 取处方组成中除黄芪外的其余成分制成不含黄芪的阴性对照品, 按“2.1.2”项下的制备方法处理得阴性对照液。

2.2 色谱条件 薄层板: 硅胶 G 薄层板; 展开剂: 氯仿-甲醇-水(13:6:2) 10℃以下放置过夜的下层溶液; 显色: 喷 10% 硫酸乙醇溶液, 105℃加热至斑点显色清晰; 在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板, 周围用胶布固定。双波长反射式锯齿扫描, 扫描波长 $\lambda = 530\text{nm}$, $\lambda_r = 700\text{nm}$, $SX = 3$, 狭缝 $0.2\text{mm} \times 0.4\text{mm}$, 记录峰面积。

2.3 方法学考察

2.3.1 空白干扰试验 将供试品溶液 6μL、黄芪甲苷对照溶液 4μL、阴性样品溶液 6μL 点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 显色。在与对照品色谱相同的位置, 供试品色谱中有相同斑点, 阴性对照无斑点。结果表明, 其他药味对黄芪甲苷无干扰。

2.3.2 标准曲线制备 分别精密吸取黄芪甲苷对照品溶液 1、2、4、6、8μL, 点于同一薄层板上, 按上述色谱条件测定, 以对照品量为横座标, 测定的峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 61.196X + 4.9003$, $r = 0.999$, 黄芪甲苷在 1~8μg 范围内线性关系良好。

2.3.3 精密度试验 精密吸取供试品溶液(031102)点样 6μL, 平行点样 6 次, 结果黄芪甲苷峰面积的 RSD 为 1.10%。

2.3.4 重复性试验 取同一批号(031102)样品 6 份, 按样品提取法提取、测定, 结果黄芪甲苷平均含量为 0.131mg/g, RSD 为 1.37%。表明分析方法精密

度良好。

2.3.5 回收率试验 取已知含量样品(031102) 6 份,精密加入对照品溶液(浓度: 1mg/ mL) 0. 5mL, 按样品提取法提取,测定,计算回收率,结果见表 1。黄芪甲苷平均回收率为 93. 0%, RSD= 2. 66%。结果表明本方法准确可靠。

表 1 黄芪甲苷回收率试验结果(*n* = 6)

样品重 (g)	样品中含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
4. 1866	0. 5472		1. 029	96. 4
4. 1473	0. 5421		1. 006	92. 9
4. 2123	0. 5505	0. 500	1. 001	90. 1
4. 2005	0. 5490		1. 000	90. 2
4. 3542	0. 5691		1. 040	94. 2
4. 2810	0. 5595		1. 031	94. 2
平均回收率: 93. 0		RSD= 2. 66%		

2.4 样品测定 精密吸取供试品溶液 6 μ L, 对照品溶液 2 μ L 与 4 μ L, 分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,依法展开,显色,扫描测定,用外标两点法计算其含量。结果见表 2。

表 2 样品测定结果

批号	黄芪甲苷含量(mg/片)
031203-1	0. 0327
031203-2	0. 0246
031102	0. 0277

3 讨论

3.1 黄芪为方中君药,含有多糖、氨基酸、皂苷、黄酮和微量元素,它们均与黄芪的药效有关^[2,3]。现代药理学研究表明黄芪甲苷具有抗炎、降压、镇痛和增强免疫功能等多种作用,也是黄芪中含量较高和专属性较强的成分,选择黄芪甲苷为本品评价和控制指标是合理可行的。因黄芪甲苷仅在紫外区的末端(201nm~ 205nm)有吸收,难以建立简便可行的 HPLC 测定方法,故参照中国药典(2000 年版一部)黄芪药材中黄芪甲苷的含量测定方法,建立本文的薄层扫描法测定童康片中黄芪甲苷的含量。

3.2 参照中国药典(2000 年版一部) 黄芪药材中黄芪甲苷的提取方法,考察了正丁醇、氨试液 D₁₀₁ 型大孔吸附树脂柱柱长、各种洗脱液用量对提取的影响,及显色剂硫酸乙醇溶液浓度对显色的影响,发现只有 D₁₀₁ 型大孔树脂柱柱长及各种洗脱液用量有影响,可能是复方制剂中杂质增多,所以 D₁₀₁ 型大孔树脂柱需加长,相应的洗脱液增加。实验证明: (1) 4h 可提取完全; (2) 洗脱完全; (3) 阴性对照无干扰。

参考文献:

[1] 中华人民共和国卫生部药品标准. 中药成方制剂. 第 14 册[S]. 1997. 178.
[2] 齐宗韶. 黄芪化学成分的研究概况[J]. 中草药, 1987, 18 (5): 233-235.
[3] 何侃, 王惠康. 近年来黄芪及其同属近缘植物的化学成分研究进展[J]. 药学报, 1988, 23(11): 873-880.