

HPLC测定扶正抑瘤颗粒中芒柄花素的含量

赵健雄, 刘 欣, 封士兰
(兰州大学, 甘肃 兰州 730000)

关键词: 扶正抑瘤颗粒; 芒柄花素; HPLC
中图分类号: R 927. 2 文献标识码: B 文章编号: 1001-1528(2006)05-0768-02

扶正抑瘤颗粒作为甘肃省武威市肿瘤医院的院内制剂, 由兰州大学中西医结合研究所所长赵健雄教授研制, 功效补气养血、消瘀化积、利湿解毒, 用于乳腺癌、食道癌、胃癌、肝癌、肺癌等肿瘤的辅助治疗^[1]。它由红芪、当归、莪术、墓头回等药组成^[2], 该制剂君药为红芪, 而芒柄花素又是红芪中主要指标成分之一^[3], 为了更好地控制本产品质量, 保证产品的疗效, 本文选用高效液相色谱法对制剂中芒柄花素的含量进行了研究, 建立了分离效果好、简便可行的含量测定方法, 可用于本制剂的质量控制。

1 仪器与试药

1.1 仪器 Waters 600E 高效液相色谱仪系列: 在线脱气机, 四元泵, 2996二级管阵列检测器, Millennium 32 色谱工作站, 自动进样器, KQ3200DB 超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司), 旋转蒸发仪 (Büchi Rotavapor R-200)。

1.2 试药 芒柄花素对照品由上海中医药大学提供; 扶正抑瘤颗粒由甘肃省武威市肿瘤医院药剂科生产, 批准文号: 武地卫普制准字 (98) 46—4号; 甲醇为色谱纯 (山东禹王禹城化工厂); 水为双蒸水 (自制), 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Kronasil ODS-1 柱 (5 μm, 4.6 mm × 250 mm) (天津琛航科技有限公司生产), Kronasil ODS 保护柱 (5 μm, 4.6 mm × 10 mm), 流动相: 甲醇-水 (60: 40), 流速: 1.0 mL/min, 进样量: 10 μL, 检测波长: 254 nm, 柱温: 25 °C。

2.2 溶液的配制

对照品溶液的配制 精密称取芒柄花素对照品 1.86 mg 于 2 mL 量瓶中, 以甲醇溶解并定容, 配成 0.93 mg/mL 的对照品储备液。

供试品溶液的制备 取经粉碎的样品 6.5 g 精密称定, 以甲醇为溶剂超声提取 3 次 (每次 40 min), 提取液蒸去甲醇, 用 30 mL 蒸馏水溶解, 用水饱和的正丁醇 (30: 30: 20: 15 mL) 萃取 4 次, 合并正丁醇部分, 减压蒸干, 残渣用甲醇定容至 10 mL, 测定时用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 10 μL 进样。

阴性对照溶液的制备 照处方比例自行制备不含红芪的阴性对照样品, 按供试品溶液制备方法制备, 以上 3 种溶液按 2.1 色谱条件进样, 测定。结果阴性对照在芒柄花素峰相

应的保留时间处无干扰。见图 1。

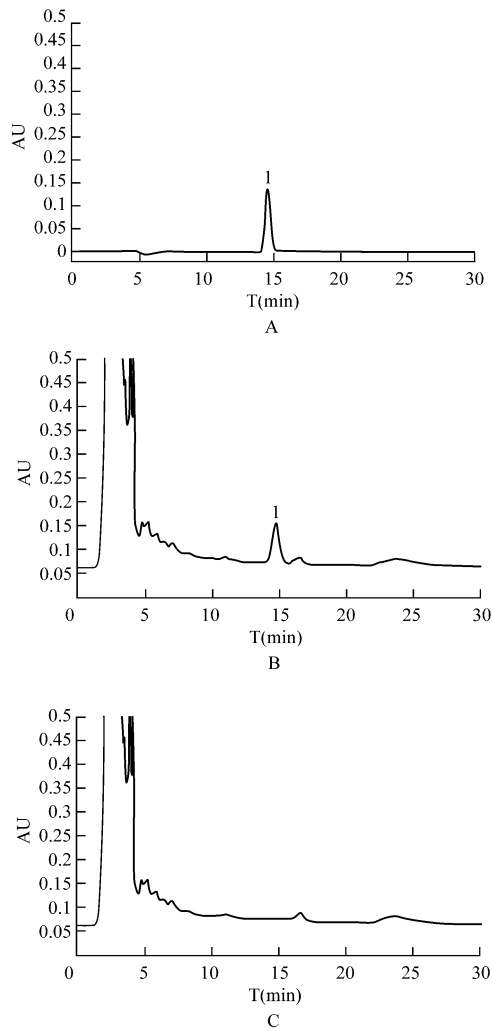


图 1 芒柄花素对照品、样品及阴性对照品的 HPLC 色谱图
A 芒柄花素对照品 B 样品 C 阴性对照品 1 芒柄花素

2.3 线性关系考察

精密吸取对照品溶液 0.5 mL, 置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 摇匀, 再从中吸取 1 mL, 置于 10 mL 量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 摇匀。随后, 精密吸取溶液 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6 mL 置于 1 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻

度,摇匀,进样量 10 μL,以对照品峰面积 *A* 为纵坐标,以浓度 *C* 为横坐标,进行回归处理得回归方程为 $A = 2.42 \times 10^5 C - 1.93 \times 10^5$, $r = 0.9998$ 线性范围为: $4.65 \times 10^{-3} \sim 2.79 \times 10^{-2} \mu\text{g}$

2.4 精密度试验

精密度试验 (1)日内精密度:精密吸取上述对照品溶液 10 μL,重复进样 5次,测定峰面积, *RSD* 为 0.12%。(2)日间精密度:取同一批样品溶液分别在 0,1,2,3,4 d分别进样,测定峰面积, *RSD* 为 0.44%。

2.5 重复性试验

精密称取同一批号扶正抑瘤颗粒 6份,每份约 6.5 g 按“供试品溶液的制备”项下处理并测定,结果该批样品中芒柄花素的平均含量为 1.869 μg/g *RSD* 为 1.36%。

2.6 加样回收率试验

精密称取已知含量的扶正抑瘤颗粒约 6.5 g 精密加入芒柄花素对照品适量,按供试品溶液制备法制备,并按以上色谱条件测试,测定值代入回归方程计算含量,平均回收率为 98.80%, *RSD* 为 0.97%,结果见表 1。

表 1 加样回收率试验 ($n = 3$)

样品含量 (μg)	加入量 (μg)	测得总量 (μg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	<i>RSD</i> (%)
12.328		30.642	98.46		
12.362		31.020	100.31		
12.380	18.600	30.485	97.34	98.80	0.97
12.390		30.828	99.13		
12.354		30.725	98.76		

2.7 样品测定

分别精密称取 3批不同批号的扶正抑瘤颗粒约 6.5 g

按供试品溶液制备法制备,并按以上色谱条件测试,测定值代入回归方程计算含量,结果见表 2。

表 2 3批样品中芒柄花素的含量 ($n = 3$)

批号	平均含量 (μg/g)	<i>RSD</i> (%)
1	1.907	1.05
2	1.858	1.16
3	1.843	1.28

3 讨论

3.1 芒柄花素在本制剂中含量较低,故选择适当的提取方法尤为重要,本实验选择了甲醇、乙醇两种不同溶剂在不同条件下进行超声处理,结果表明,选用 100% 甲醇作为溶剂超声处理,正丁醇萃取,甲醇定容的方法,可达到使杂质减少,且基线分离效果好,芒柄花素含量检测结果满意的目的。

3.2 红芪药材中还含有毛蕊异黄酮^[3],但是由于含量太低,用 HPLC 法在该制剂中未检测到。

3.3 本文对扶正抑瘤颗粒进行了含量测定,该方法简便、专属性强及重现性好,结果准确可靠,可用于该制剂的质量控制和分析。

参考文献:

[1] 赵健雄,连平,李玉田,等.扶正抑瘤颗粒对乳腺癌核转录因子-kB及细胞周期的影响[J].中国中西医结合杂志,2003,23(6):421-422.
[2] 赵健雄,曲勇,陈学忠,等.扶正抑瘤颗粒对食道癌、胃癌组织细胞周期及核转录因子的影响[J].中国中西医结合杂志,2003,23(12):908-910.
[3] 胡芳弟,封士兰,赵健雄.RP-HPLC法测定红芪中两种异黄酮类成分的含量[J].中药材,2003,26(9):634-635.

参麦合剂含量测定方法改进

肖丽娟¹, 孙静¹, 翁海英², 李懿玺³

(1 哈尔滨乐泰药业有限公司,黑龙江哈尔滨 150025; 2 黑龙江恒安新泰医药有限公司,黑龙江哈尔滨 150010; 3 黑龙江大学,黑龙江哈尔滨 150080)

关键词: 参麦合剂; 含量测定; 葛根素
中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 1001-1528(2006)05-0769-02

参麦合剂是哈尔滨乐泰药业有限公司独家研制辅助治疗糖尿病的良好药,功能主治为益气养阴,生津止渴。用于气阴两虚证糖尿病的辅助治疗,可改善倦怠乏力,气短懒言,口渴喜饮、五心烦热、自汗盗汗等症状。其有效成分葛根素含量测定方法为 HPLC 测定法。但原测定方法在测定时杂质峰较多,测定间隔时间长,葛根素吸收峰易产生脱尾现象,对

C₁₈柱选择性强,固对该方法进行改进,具体如下。

1 原测定方法^[1]

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;甲醇-水(25:75)为流动相;检测波长为 250 nm;理论板数按葛根素计算,应不低于 2 000。

对照品溶液的制备 精密称取葛根素对照品,加 85%

收稿日期: 2004-12-08
作者简介:肖丽娟(1975~),女,主管药师,从事质量管理工作,电话: 0451-88120303-865。