

加入没食子酸对照品适量,依法测定,计算平均回收率为 101.52%, RSD 为 1.40%, 结果见表 1。

表 1 枫树叶中没食子酸加样回收试验结果

Tab1 Results of recovery of gallic acid in Leaf of Liquidambar taiwaniana Hance

取样量/g	样品中含量/mg	对照品加入量/mg	测得总量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1.036 4	1.897	1.851	3.761	100.69		
1.007 8	1.844	1.843	3.676	99.40		
1.008 1	1.845	1.798	3.693	102.76	101.52	1.40
1.024 3	1.874	1.839	3.776	103.31		
1.045 5	1.913	1.883	3.818	101.15		
1.011 6	1.851	1.805	3.689	101.78		

## 2.9 样品测定

取不同产地的枫树叶 10 批,按“2.3”项下方法制备供试品溶液,依上述色谱条件测定没食子酸含量,结果见表 2。

表 2 不同产地枫树叶中没食子酸含量测定结果(n=3)

Tab 2 Results of determination of gallic acid in Leaf of Liquidambar taiwaniana Hance in different areas(n=3)

药材产地	没食子酸含量/%	RSD/%
福建 1	0.299	0.95
福建 2	0.183	1.21
江西 1	0.243	1.06
江西 2	0.171	0.84
江西 3	0.205	1.17
安徽 1	0.314	1.62
安徽 2	0.212	0.96
安徽 3	0.269	1.38
贵州 1	0.187	1.04
贵州 2	0.213	1.29

## 3 讨论

在流动相选择时,曾比较了乙腈-磷酸、乙腈-冰醋酸系统及不同比例乙腈-磷酸系统,最终确定以乙腈-0.05%磷酸(4:96)为流动相,能使没食子酸达到基线分离,且其他成分对测定无干扰。

样品前处理时,进行了超声提取、加热回流及不同加热回流时间比较试验,结果发现加热回流含量较高,且加热回流提取 4 h,基本可以提取完全。

检测波长确定时,取没食子酸对照品溶液,在紫外 200 nm~400 nm 波长范围内进行扫描,结果没食子酸在 270 nm 波长处有最大吸收,因此确定检测波长为 270 nm。

对 10 批不同产地枫树叶样品进行测定,发现含量差异较大,提示产地会影响枫树叶中没食子酸的含量,而采摘季节、干燥及贮藏方式对其含量的影响则有待进一步研究。

## REFERENCES

- [1] Jiangxi Provincial Health Office. Standard Chinese Herbal Medicines in Jiangxi Province(江西省中药材标准)[S]. Jiangxi: Jiangxi Science and Technology Press, 1996: 130.
- [2] Jiangsu New Medical College. Dictionary of Chinese Herbal Medicines(中药大辞典)[M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Press, 1977: 1261.
- [3] ZHONG Y T, WANG X L, MA L L. Studies on antimicrobial of liquidambar taiwaniana hance's leaf [J]. Lishizhen Med Mater Med Res (时珍国医国药), 2007, 18(7): 1693-1694.
- [4] NIE S P, WANG Y X, XIE M Y, et al. Determination of gallic acid in houerhuan anti-inflammatory capsule by HPLC [J]. Pract Clin J Integr Tradit Chin West Med(实用中西医结合临床), 2003, 3(2): 3-4.

收稿日期: 2010-01-12

## HPLC-ELSD测定爱可福颗粒中的黄芪甲苷

王小娟<sup>1</sup>, 留良吾<sup>2</sup>, 徐小岗<sup>3</sup>, 郑志宏<sup>3</sup>(1.浙江省衢州学院, 浙江 衢州 324000; 2.浙江省衢州第二中学, 浙江 衢州 324000; 3.浙江天昊药业有限公司, 浙江 衢州 324002)

摘要: 目的 建立爱可福颗粒的定量质控方法。方法 采用 HPLC-ELSD 测定爱可福颗粒中黄芪甲苷的含量。结果 黄芪甲苷进样量在 0.64~20.48 μg 内呈良好的线性关系, 平均回收率为 97.78%, RSD=1.12%(n=6)。结论 该方法简便, 重复性好, 可用于控制爱可福颗粒的质量。

关键词: HPLC-ELSD; 爱可福颗粒; 黄芪甲苷; 含量测定

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)09-0842-03

作者简介: 王小娟, 女, 讲师 Tel: 13857010317 E-mail: 897552141@qq.com

## Determination of Astragaloside IV in Aikefu Granules by HPLC-ELSD

WANG Xiaojuan<sup>1</sup>, LIU Liangwu<sup>2</sup>, XU Xiaogang<sup>3</sup>, ZHENG Zhihong<sup>3</sup>(1.Zhejiang Quzhou College, Quzhou 324000, China; 2. Zhejiang Quzhou No.2 High School, Quzhou 324000, China; 3.Zhejiang Tinhao Pharmaceutical Co., Ltd., Quzhou 324002, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To establish a method for the determination of astragaloside IV in Aikefu granules by HPLC-ELSD. **METHODS** The content of astragaloside IV was determined by HPLC-ELSD. **RESULTS** A good linearity was observed for astragaloside IV in the range of 0.64–20.48  $\mu\text{g}$ . The average recovery of astragaloside IV was 97.78% with RSD=1.12%( $n=6$ ). **CONCLUSION** The method is simple, accurate and reliable. It can be used for the quality control of granules.

**KEY WORDS:** HPLC-ELSD; Aikefu granules; astragaloside IV; content determination

爱可福颗粒处方来源于国家级名医何任的肿瘤患者中医经验方,由红参、黄芪、枸杞子、女贞子(酒蒸)等6味中药组成,具有益气健脾,滋养肝肾之功效,用于肿瘤患者化疗后引起的气阴两虚证,症见神疲乏力,少气懒言,五心烦热,口干咽燥等症及白细胞减少。其原标准中黄芪甲苷( $\text{C}_{41}\text{H}_{68}\text{O}_{14}$ )含量测定采用薄层扫描法,检验过程操作繁琐,重复性较差,为有效地控制药品的质量,本实验采用HPLC-ELSD,对方中君药黄芪中的黄芪甲苷建立了含量测定的方法,方法简单可靠,重复性好,可以有效控制爱可福颗粒产品的质量。

### 1 仪器与试剂

岛津 SPD-10A 高效液相色谱仪(日本岛津), LC-10ATvp 泵; Alltech 2000 蒸发光散射检测器(美国奥泰公司); BT25-S 电子天平(德国赛多利斯); DL-360J 智能超声波清洗器(上海之信仪器有限公司); 黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号: 110781-200311, 供含量测定用)。乙腈、甲醇为色谱纯,水为去离子水,其余试剂均为分析纯;爱可福颗粒样品均由浙江天昊药业有限公司生产,规格为  $7.2 \text{ g}\cdot\text{袋}^{-1}$ ,批号分别为: 20070809, 20070901, 20070903, 20070904, 20070905, 20070906, 20070907, 20070908, 20070909, 20070910, 20070911。

### 2 方法与结果

#### 2.1 色谱条件

色谱柱: Phenomenex Luna-ODS 色谱柱( $4.6 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$ ,  $5 \mu\text{m}$ ); 流动相: 乙腈-水(35:65); 流速:  $1.0 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ; 柱温: 室温; 进样量:  $20 \mu\text{L}$ 。蒸发光散射检测器,漂移管温度:  $105 \text{ }^\circ\text{C}$ ,载气流速:  $2.8 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ 。理论板数按黄芪甲苷峰计应不低于 4 000。

#### 2.2 对照品溶液的制备

精密称取黄芪甲苷对照品适量,加甲醇制成每  $1 \text{ mL}$  含约  $0.25 \text{ mg}$  的溶液,即得。

#### 2.3 供试品溶液的制备

取本品  $7 \text{ g}$ ,研细,精密称定,加甲醇  $100 \text{ mL}$  回流提取 2 次,每次  $1 \text{ h}$ ,将甲醇提取液放冷,滤过,合并滤液,蒸干,残渣用水  $40 \text{ mL}$  溶解,加水饱和和正丁醇提取 3 次(依次为  $40, 20, 20 \text{ mL}$ ),合并正丁醇提取液,用正丁醇饱和的氨试液洗涤 2 次(依次为  $60, 40 \text{ mL}$ ),弃去氨洗液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇分次溶解并定量转移至  $5 \text{ mL}$  量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

#### 2.4 专属性试验

去除黄芪外等味药材经提取制成的颗粒剂,按“2.3”项下的提取方法提取作为阴性样品。取对照品,供试品及阴性样品按照“2.1”项下色谱条件进样测定,结果阴性样品对测定无干扰,见图 1。

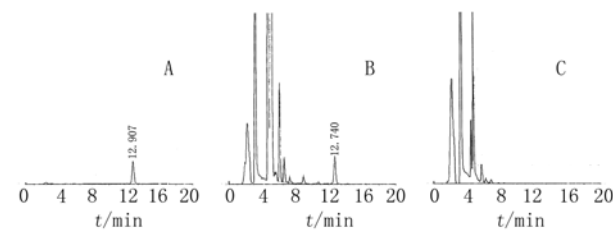


图 1 HPLC-ELSD 色谱图

A-对照品; B-样品; C-阴性样品

Fig 1 HPLC-ELSD chromatograms

A-reference; B-sample; C-negative sample

#### 2.5 线性关系考察

精密称取在  $60 \text{ }^\circ\text{C}$  真空干燥至恒重的黄芪甲苷对照品适量,配制成浓度分别为  $1.024, 0.512, 0.256, 0.128, 0.064, 0.032 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$  的对照品溶液,精密吸取上述溶液  $20 \mu\text{L}$  进样,记录色谱峰面积,以对照品浓度( $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ )对数值为横坐标( $X$ ),对照品峰面积( $A$ )积分为纵坐标( $Y$ ),绘制标准曲线,

得黄芪甲苷的回归方程为  $Y=5\ 342.9X-149\ 229$ ,  $r=0.999\ 7(n=6)$ , 实验表明黄芪甲苷进样量在  $0.64\sim 20.48\ \mu\text{g}$  内呈现良好的线性关系。

### 2.6 仪器精密度试验

取同一黄芪甲苷对照品溶液, 重复进样 6 次, 测定其峰面积, 结果 RSD% 为  $1.29\%(n=6)$ , 表明仪器精密度良好。

### 2.7 稳定性试验

取同一供试品溶液(20070809), 每隔 4 h 测定 1 次, 记录黄芪甲苷的峰面积, 结果 RSD 为  $1.43\%(n=6)$ , 表明供试品溶液在 24 h 内基本稳定。

### 2.8 重复性试验

取同一批号样品(20070809)6 份, 按“2.3”项下方法制备, 按“2.1”项下色谱条件测定, 结果黄芪甲苷平均含量为  $0.15\ \text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ , RSD 为  $1.80\%(n=6)$ , 表明重复性良好。

### 2.9 加样回收率试验

表 2 样品含量测定结果

Tab 2 Determination of the content in sample

批号	20070901	20070903	20070904	20070905	20070906	20070907	20070908	20090909	20090910	20090911
样品含量( $\text{mg}\cdot\text{袋}^{-1}$ )	1.33	1.13	1.03	0.94	1.03	1.12	1.09	1.21	1.29	1.13

## 3 讨论

薄层扫描法存在前处理繁琐、重复性差等缺点<sup>[1]</sup>。而在末端吸收, 采用 HPLC-UV 操作, 要求黄芪甲苷的浓度较高,  $1\ \text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$  以上, 杂质峰干扰大, 且重复性较差。但采用 HPLC-ELSD 测定爱可福颗粒中黄芪甲苷的含量, 样品制备方法简便, 重复性好, 限度合理, 能很好地控制本品质量<sup>[2]</sup>。

精密称取已知含量的样品(20070809)适量, 精密加入一定量的黄芪甲苷对照品, 按“2.1”项下色谱条件进行含量测定并计算回收率, 结果平均回收率为  $97.78\%$ , RSD% 为  $1.12\%(n=6)$ , 结果见表 1。

表 1 加样回收率试验( $n=6$ )

Tab 1 Results of recovery experiments( $n=6$ )

取样量/g	样品含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
3.500 4	0.69	0.75	1.42	97.33		
3.501 6	0.71	0.75	1.43	96.00		
3.499 8	0.67	0.75	1.41	98.67		
3.500 2	0.70	0.75	1.44	98.67	97.78	1.12
3.498 6	0.72	0.75	1.45	97.33		
3.503 2	0.75	0.75	1.49	98.67		

### 2.10 样品含量测定

取 10 批供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件进样测定, 采用标准曲线, 按外标两点法对数方程计算, 结果见表 2。

## REFERENCES

- [1] CONG X D, WEI Y J, MAO Q M, et al. Studies on quality standard of Yangzheng mixture [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2000, 17(1): 38-41.
- [2] YU J P, FANG C F, TANG D F. Determination of Astragaloside IV in Shengkangning Pian by HPLC-ELSD [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2007, 24(5): 38-41.

收稿日期: 2009-12-28

# 原子吸收分光光度法测定炉甘石洗剂中氧化锌的含量

冯振兴, 陈祝军(江苏省张家港市疾病预防控制中心, 江苏 张家港 215600)

摘要: 目的 建立原子吸收分光光度法测定炉甘石洗剂中氧化锌含量的方法。方法 应用原子吸收分光光度法进行测定, 采用标准曲线法计算样品含量。结果 样品平均回收率为  $99.94\%$ , RSD 为  $0.51\%$ 。结论 方法准确、简便、可靠, 可作为该药的质量控制方法。

关键词: 原子吸收分光光度法; 炉甘石洗剂; 氧化锌; 含量测定

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2010)09-0844-03

作者简介: 冯振兴, 男, 副主任药师 Tel: (0512)58152907 E-mail: \_fzxzjgcdc@sina.com