

HPLC 法测定“网脱 I 号”口服液中黄芪甲苷的含量

胡辉 彭燕 李冬 (解放军 474 医院 乌鲁木齐 830013)

摘要 目的: 建立“网脱 I 号”口服液中黄芪甲苷含量的 HPLC 测定法。**方法:** 色谱柱: Diamonsil C₁₈ 柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-1% 冰醋酸(10:90); 检测波长: 320 nm; 流速: 1.0 ml·min⁻¹; 柱温: 室温。结果: 黄芪甲苷的线性范围为 5 ~ 25 μg·ml⁻¹ (r=0.999 7)。平均加样回收率为 99.46% (RSD=1.19%)。**结论:** HPLC 法测定黄芪甲苷含量, 简便、快速、准确、重复性好, 可作为“网脱 I 号”口服液质量控制方法。

关键词 高效液相色谱法; 黄芪甲苷; “网脱 I 号”口服液

中图分类号: R927.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1008-049X(2010)01-0100-02

Determination the Content of Astragaloside in “No I Detachment of Retinal” Oral Solution by HPLC

Hu Hui, Peng Yan, Li Dong (No. 474 Hospital of PLA, Urumqi 830013, China)

ABSTRACT Objective: To establish an HPLC method for determination the content of astragaloside in “No I Detachment of Retinal” oral liquid. **Method:** A Diamonsil C₁₈ column (150 mm×4.6mm, 5 μm) was used, the acetonitrile-1% glacial acetic acid (10:90) as mobile phase, the detection wavelength was at 320 nm, the flow rate was 1.0 ml·min⁻¹. **Result:** The linear range of astragaloside was 5-25 μg·ml⁻¹ (r=0.999 7). The average recovery rate was 99.46% and RSD was 1.19%. **Conclusion:** This method is simple, rapid, accurate and repeatability, it can be used for the quality control of “No I Detachment of Retinal” oral solution.

KEY WORDS HPLC; Astragaloside; “No I Detachment of Retinal” oral solution

“网脱 I 号”口服液用于元气不固、脾虚水湿内停所致视网膜脱离患者的手术前后辅助治疗以及不适宜手术治疗的视网膜脱离患者。方中黄芪性温, 味甘, 归脾、肺经, 具补气固表的功效。现代药学研究表明黄芪的主要有效成分之一为黄芪甲苷, 因此采用高效液相色谱法对黄芪甲苷的含量进行测定, 为进行制剂的质量控制提供参考依据。

1 实验材料

1.1 仪器

HPLC 仪(日立 L-7000 系列, 日本), 超声波清洗器(上海医用光学器械厂, 40 kHz, 250 VA); 电子天平(AA-200, USA)等。

1.2 试剂

黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110773-20061103); “网脱 I 号”口服液(解放军第 474 医院, 批号: 081216)。冰醋酸(天津福晨化学试剂厂, 批号: 20060310); 磷酸(乌市天岳化学试剂厂, 批号: 20051013); 正丁醇、甲醇、乙腈均为色谱纯; 蒸馏水(自制)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为 Diamonsil C₁₈ 柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-1% 冰醋酸(10:90), 检测波长为 320 nm, 流速为 1.0 ml·min⁻¹, 柱温为室温, 理论塔板数不低于 4 000。

2.2 对照品储备液的制备

精密称取黄芪甲苷对照品适量, 加甲醇溶解并配制成 50 μg·ml⁻¹ 的溶液即得^[3]。

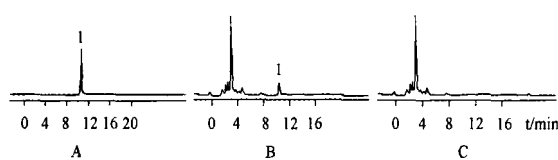
2.3 供试品溶液制备

取口服液 2 ml, 用水饱和的正丁醇振摇提取 4 次, 每次 10 ml, 合并 4 次正丁醇液, 用氨试液充分洗涤 2 次, 每次 10

ml, 弃去氨液。挥干正丁醇, 残渣加甲醇 5 ml 使溶解, 放冷, 通过 D101 大孔吸附树脂柱(内径 1.5 cm, 长 12 cm), 先用 50 ml 水洗脱, 弃去水液, 再用 30 ml 40% 乙醇洗脱, 弃去洗脱液, 用 70% 乙醇 80 ml 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 用甲醇溶解并移置 25 ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 定容。用微孔滤膜(约 0.45 μm)滤过, 取续滤液即得。

2.4 专属性试验

取缺黄芪的阴性对照口服液, 按“2.3”项下供试品溶液的制备方法制得阴性对照溶液, 并依法测定, 结果表明, 阴性对照品溶液对测定无干扰。见图 1。



A. 黄芪甲苷对照品 B. 供试品 C. 阴性对照 1. 黄芪甲苷

图 1 HPLC 色谱图

2.5 标准曲线的制备

分别精密量取黄芪甲苷对照品储备液 1, 2, 3, 4, 5 ml 置 10 ml 量瓶中, 加甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 制得浓度分别为 5, 10, 15, 20, 25 μg·ml⁻¹ 的系列对照品溶液, 经微孔滤膜(约 0.45 μm)滤过。分别进样 20 μl, 测定峰面积, 以峰面积(Y)对相应黄芪甲苷对照品溶液浓度(X)进行线性回归, 回归方程为: $Y = 1.26 \times 10^4 + 2.64 \times 10^3 X$, $r = 0.999 7$ 。表明黄芪甲苷浓度在 5 ~ 25 μg·ml⁻¹ 范围内, 具有良好的线性关系。

2.6 精密度试验

取同一黄芪甲苷对照品溶液(20 μg·ml⁻¹), 重复进样 6 次, 记录黄芪甲苷峰面积, RSD 为 0.17%。

作者简介: 胡辉, 女, 主任药师, 本科, 从事医院药学管理工作。 Tel: (0991)5954242 E-mail: py980513@126.com

2.7 重复性试验

按照供试品溶液制备方法,制备同批号供试品 6 份,在上述色谱条件下测定 6 次,黄芪甲苷平均含量为 0.262 mg·ml⁻¹,RSD 为 0.73%。

2.8 稳定性试验

在本试验条件下,供试品溶液室温放置,分别在放置 0,4,8,12,24 h 后进样 1 次,记录黄芪甲苷峰面积,RSD 为 0.19%。

2.9 加样回收率试验

精密量取已知含量的供试品溶液 1ml 共 6 份,分别加入黄芪甲苷对照品储备液(50 μg·ml⁻¹)4 ml,按“2.3”项下方法制备供试品溶液并测定,计算回收率。结果平均回收率为 99.46%,RSD 为 1.19%。

2.10 供试品测定

按“2.3”项下的方法制备并测定样品含量,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果(n=5)

含量(mg·ml ⁻¹)	平均含量(mg·ml ⁻¹)	RSD(%)
0.263	0.265	1.91
0.257		
0.266		
0.268		
0.270		

3 讨论

3.1 据文献报道,黄芪制剂中黄芪甲苷含量测定方法有薄

层色谱-分光光度法、荧光分光光度法、TLCS 法、HPLC 法、HPLC-ELSD 法^[1]等,前三种方法都不同程度具有方法不简便、干扰因素多、准确度低、重复性差等缺点,而 HPLC-ELSD 法中蒸发光散射检测器不普及^[2]。HPLC 法具有分离效能高、分析速度快、检测灵敏度高等特点,因此本试验对黄芪甲苷的 HPLC 测定法进行探讨研究。流动相的选择,以 水-甲醇(50:50),检测波长 205nm^[3]、乙腈-水-磷酸(1:2:0.1),检测波长 203 nm^[4]、乙腈-水(30:70)为流动相,检测波长 203 nm^[5]等流动相体系进行试验,口服液中的其他组分与黄芪甲苷不能分离,采用乙腈-1%冰醋酸(10:90),检测波长 320 nm 的色谱条件,达到较佳的分离效果。

3.2 通过实验,确定了口服液中黄芪甲苷含量的 HPLC 测定法,该法简便快捷,测定结果稳定可靠,且重复性好,为“网脱 I 号”口服液的内在质量控制提供了依据。

参 考 文 献

1 中国药典[S].2005 年版.一部.212

2 陈荣,黄梦娴. HPLC 法测定归芪补血口服液中黄芪甲苷的含量[J]. 中国药师,2009,12(1):77-79

3 胡汉昆,刘萍. HPLC 法测定不同来源黄芪中黄芪甲苷的含量[J]. 中华临床医药与护理,2004,(4):90-91

4 蔡进章,王增寿,章晓东. 反相高效液相色谱法测定黄芪中黄芪甲苷的含量[J]. 中国药业,2003,12(12):36-37

5 李欢欣,郝桂明,赵春杰. 反相高效液相色谱法测定黄芪中黄芪甲苷的含量[J]. 中国药杂志,2003,3(3):212-213

(2009-06-12 收稿 2009-10-12 修回)

军队疗养院药学信息系统的开发

宫曙光¹ 马琳² 孙义峰¹ 王超君¹ 卢芳芳¹ 骆海莺¹ (南京军区杭州疗养院 1. 药械科,2. 信息科 杭州 310007)

摘 要 **目的:** 为军队疗养院开发一套完整的药学信息系统(SPIS)提供临床依据。**方法:** 描述了南京军区杭州疗养院系统整合药学信息系统个案。**结果:** 通过异系统整合开发了军队疗养院药学信息系统。SPIS 的功能包括:跨系统发药,跨系统退药,二级库相互间调拨药品,电子处方。**结论:** 开发一套完整的疗养院药学信息系统,是军队疗养院药学服务的需要,是军队疗养院数字化建设的需要,有待于药师与软件工程师共同完成。

关键词 军队疗养院药学服务; 异系统整合; 药政管理; 合理用药

中图分类号: R952 **文献标识码:** A **文章编号:** 1008-049X(2010)01-0101-02

Develop a Pharmacy Information System in Military Sanatorium (SPIS)

Gong Shuguang¹, Ma Lin², Sun Yifeng¹, Wang Chaojun¹, Lu Fangfang¹, Luo Haiying¹ (Pharmacy & Medical Appliances Department¹, Information Department², Hangzhou Sanatorium of Nanjing Military Command, Hangzhou 310007 China)

ABSTRACT **Objective:** To develop a comprehensive pharmacy information system (SPIS) in military sanatorium. **Method:** The case of pharmacy information system was described through integrating different systems of hangzhou sanatorium. **Result:** Military sanatorium pharmacy information system was improved by integrating different systems. The function of the SPIS software was contained sending out drugs by surpassing the system, sending back drugs by surpassing the system, allocating drugs and electrical prescription. **Conclusion:** A complete set of Pharmaceutical HIS was developed, which is the needs of pharmaceutical care and digital construction in military sanatorium. The system needs further improvement by pharmacists together with software engineers. **KEY WORDS** Pharmaceutical Care in Military Sanatorium; Integration of different systems; Drug Administration; Rational drug use

军队疗养院药学信息化管理工程,紧紧追随着 21 世纪网络科技飞速发展的步伐。随着各行各业计算机的普及,逐渐形成了网络的资源共享和信息交流^[1]。2005 年,我院开

始使用“军队疗养院信息管理系统(疗养版)”。2006 年初,面临国家医疗改革的新形势,我院创建了全军创伤康复中心,为地方患者服务,为此而增加了“军字一号医院信息管