

液相色谱法测定通窍鼻炎颗粒中黄芪甲苷含量

LC-468

摘要：本文参照现行《中国药典》一部，通窍鼻炎颗粒中黄芪甲苷含量测定标准，利用岛津液相色谱仪联合 ELSD-LT III，建立了通窍鼻炎颗粒中黄芪甲苷含量测定方法。标准品浓度在 125.0~1000.0 mg/L 线性范围内，相关系数大于 0.998，回读值准确度在 94.7~104.5% 之间；检测限、定量限分别为 1.6 mg/L、4.9 mg/L；峰面积、保留时间 RSD 分别为 0.67%、0.73%；加标回收率在 102.1~105.7% 之间。该分析方法灵敏度高，重复性好，稳定可靠，可供相关检测人员参考使用。

关键词：HPLC ELSD 通窍鼻炎颗粒中黄芪甲苷

技术特点：

- ❖ LC-20ADXR 联用 ELSD-LT III 对黄芪甲苷的分析灵敏度高，定量限可达 4.9 mg/L。
- ❖ ELSD-LT III 操作简便，更高功率激光源提供了较以往型号更高灵敏度和更低的噪音。

通窍鼻炎颗粒具有散风固表，宣肺通窍。用于风热蕴肺、表虚不固所致的鼻塞时轻时重、鼻流清涕或浊涕、前额头痛；慢性鼻炎、过敏性鼻炎、鼻窦炎见上述证候者。

本文参照现行《中国药典》一部，利用岛津液相色谱仪 LC-20ADXR 联合 ELSD-LT III，建立了通窍鼻炎颗粒中黄芪甲苷含量测定方法。结果显示，该方法灵敏度高，稳定可靠，供相关检测人员参考。

实验部分

1.1 仪器

岛津液相色谱仪 LC-20ADXR，具体配置为：

系统控制器：	CBM-20A	输液泵：	LC-20ADXR × 2
自动进样器：	SIL-20A	检测器：	ELSD-LT III
色谱工作站：	LabSolutions Versin. 5.118	柱温箱：	CTO-20AC

1.2 分析条件

色谱柱：	Shim-pack GIST C18 250×4.6 mm I.D., 5 μm 岛津（上海）实验器材有限公司，P/N: 227-30017-08		
流动相：	乙腈 / 水 32/68 (V/V)		
进样体积：	10 μL	柱温：	40℃
流速：	1.0 mL/min	洗针液：	乙腈 / 水 30/70 (V/V)
漂移管温度：	50℃	ELSD 增益：	7 (×64)

1.3 标准品配制和样品前处理

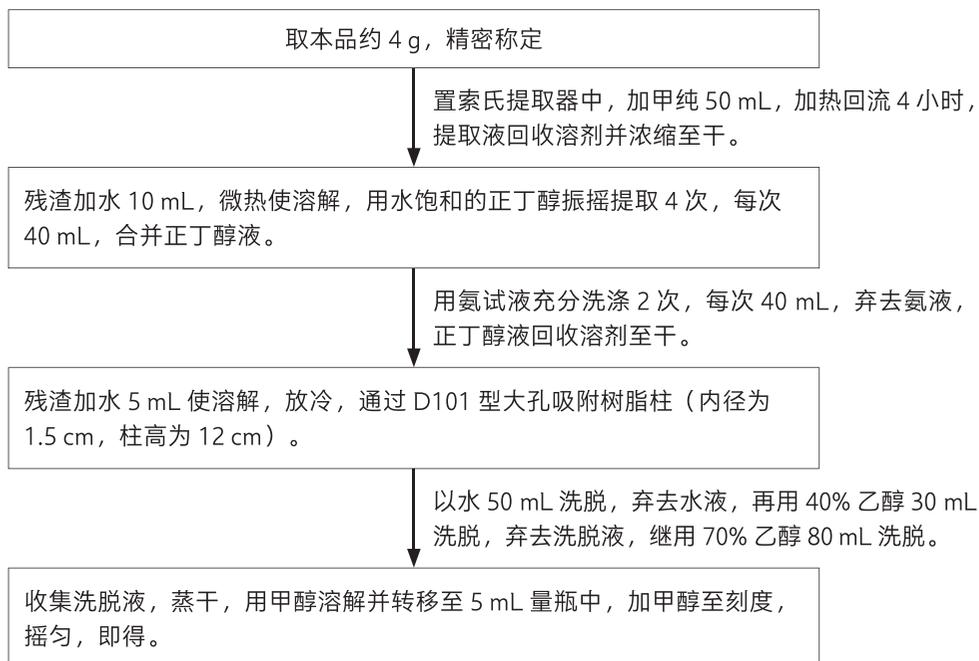
1.3.1 标准溶液配制

精密称取黄芪甲苷对照品适量，加适量甲醇超声溶解，定容至 10 mL，配制成标准储备液，再用甲醇稀释成系列对照溶液，标准品溶液配制如表 1 所示。

表 1 标准溶液浓度 (mg/L)

化合物名称	对照 1	对照 2	对照 3	对照 4	对照 5
黄芪甲苷	125.0	250.0	500.0	750.0	1000.0

1.3.2 样品前处理



■ 结果

2.1 系统适用性

按 1.3.1 配制标准溶液, 浓度为 125.0 mg/L, 按 1.2 条件分析, 系统适用性溶液色谱图中, 理论塔板数按黄芪甲苷计为 16973, 拖尾因子为 0.995。取该标准溶液, 重复进样 6 次, 黄芪甲苷保留时间 RSD 为 0.73%, 峰面积 RSD 为 0.67%, 仪器精密度良好。色谱图如图 1 所示, 结果如表 2 所示。

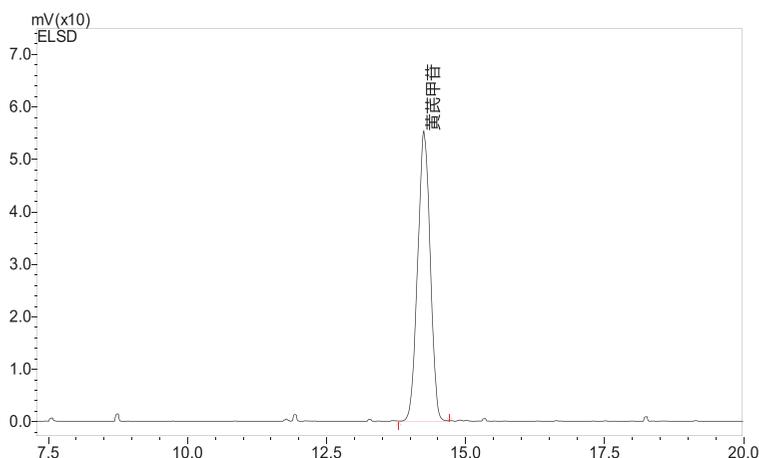


图 1 系统适用性色谱图

表 2 系统适用性试验表

化合物名称	理论塔板数	拖尾因子	分离度	S/N	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)
黄芪甲苷	16973	0.995	—	265	0.73	0.67

2.2 线性关系

按 1.3.1 配制标准系列溶液，按 1.2 条件分析，外标法绘制校准曲线，以浓度对数为横坐标，峰面积对数为纵坐标，黄芪甲苷校准曲线如图 2 所示。校准曲线线性关系良好，相关系数大于 0.998。回读值准确度在 94.7~104.5% 之间。使用 LabSolutions 软件计算检出限和定量限，结果如表 3 所示。

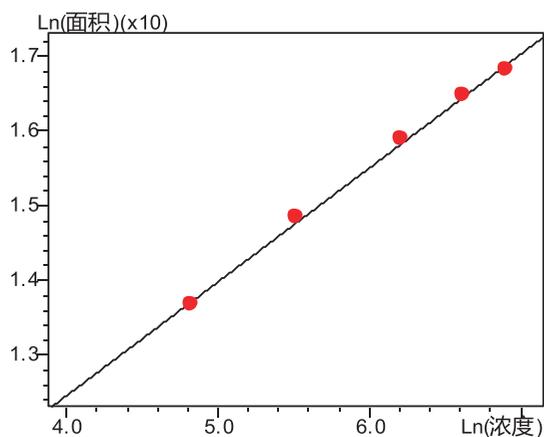


图 2 校准曲线

表 3 校准曲线、检出限和定量限结果

化合物名称	浓度范围 (mg/L)	回读值准确度 (%)	相关系数	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/L)
黄芪甲苷	125.0~1000.0	94.7~104.5	0.9988	1.6	4.9

2.3 样品分析

称取通窍鼻炎颗粒样品两份，按照 1.3.2 进行样品前处理，上机测定，样品色谱图如图 3 所示，黄芪甲苷含量结果如表 4 所示。

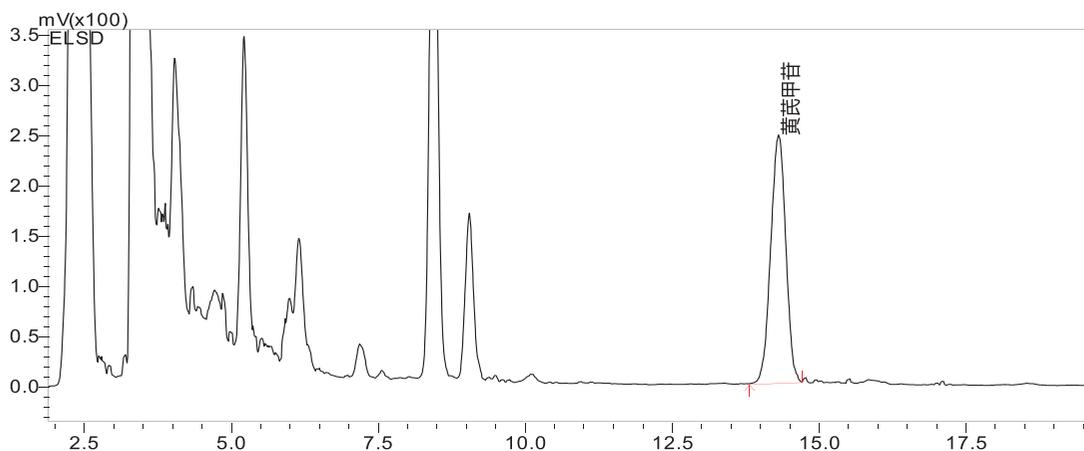


图 3 样品色谱图

表 4 样品含量测定结果

化合物名称	样品 1 含量 (mg/g)	样品 2 含量 (mg/g)	平均值 (mg/g)
黄芪甲苷	0.439	0.442	0.441

2.4 回收率

称取通窍鼻炎颗粒样品，按照 1.3.2 进行样品前处理，分别取样品溶液 0.5 mL，加入标准品定容至 1 mL，配制成三个不同浓度的加标样品，加标回收率在 102.1%~105.7% 之间，方法可靠，回收率结果如表 5 所示。

表 5 黄芪甲苷加标回收结果

#	样品含量 (mg/g)	加标量 (mg/g)	测定含量 (mg/g)	回收率 (%)
1	0.177	0.150	0.343	104.9
2		0.300	0.504	105.7
3		0.450	0.640	102.1

■ 结论

本文参照现行《中国药典》一部，通窍鼻炎颗粒中黄芪甲苷含量测定标准，利用岛津液相色谱仪联合 ELSD-LT III，建立了通窍鼻炎颗粒中黄芪甲苷含量测定方法。ELSD-LT III 灵敏度高，定量限可达 4.9 mg/L；在 125.0~1000.0 mg/L 线性范围内，相关系数大于 0.998，回读值准确度在 94.7~104.5% 之间；检测限、定量限分别为 1.6 mg/L、4.9 mg/L；峰面积、保留时间 RSD 分别为 0.67%、0.73%；加标回收率在 102.1~105.7% 之间。该分析方法灵敏度高，重复性好，稳定可靠，可供相关检测人员参考使用。

岛津应用云

