

· 医院制剂 ·

康欣胶囊中黄芪总皂苷的含量测定

周从辉, 熊义涛 (湖北省中医药研究院中药研究所, 湖北武汉 430074)

[摘要] 目的: 建立康欣胶囊中黄芪总皂苷的含量测定方法。方法: 以黄芪甲苷为对照品, 采用比色法测定康欣胶囊中黄芪总皂苷的含量。显色剂为新配的含 5% 香草醛-冰醋酸与高氯酸(2:8)的混合液, 测定波长为 582 nm。结果: 加样回收率为 97.0%, 其线性回归方程: $A = 3.2768C - 0.0227$, $r = 0.9996$ ($n = 5$)。结论: 测定结果良好, 可以有效控制康欣胶囊的质量。

[关键词] 黄芪; 皂苷; 康欣胶囊; 比色法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1001-5213(2004)01-0052-01

康欣胶囊是由黄芪、莲子心、丹参组成的纯中药制剂, 本品对高血压和高血脂等症具有明显的改善作用。为控制其质量, 笔者采用比色法对康欣胶囊中黄芪总皂苷进行了定量分析^[1,2], 现报道如下。

1 仪器与试剂

UV-2401PC 紫外分光光度计(日本岛津); 黄芪甲苷对照品(供含量测定用, 中国药品生物制品检定所); 康欣胶囊(湖北省中医药研究院, 批号 20020123, 20020302, 20020520); 水饱和的正丁醇-氨试液(40→100); 5% 香草醛冰醋酸溶液(称取香草醛 2.5 g 置 50 mL 量瓶中, 加冰醋酸定容即可); 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取黄芪甲苷对照品 20.89 mg 于 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 制成浓度为 $0.8356 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。

2.2 样品溶液的制备^[3] 取本品约 0.6 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶内加甲醇 10 mL, 超声提取 20 min, 放冷, 滤过。用甲醇 5 mL 分次洗锥形瓶、不溶物及滤纸, 洗液并入滤液中, 蒸干滤液。残留物加水 15 mL, 超声使溶解, 置分液漏斗中, 加乙醚振摇萃取 3 次, 每次 10 mL。弃去乙醚液, 加入水饱和的正丁醇振摇萃取 5 次(10, 5, 5, 5 mL)。合并正丁醇液, 用氨试液洗 3 次, 每次 15 mL。将正丁醇液蒸干, 残渣用甲醇溶解, 转移至 10 mL 的量瓶中, 并用甲醇定容至刻度, 作为样品溶液。

2.3 测定条件及测定波长的选择^[4] 精密吸取对照品溶液 200 μL , 置 5 mL 具塞试管中, 热风吹干甲醇, 放冷。精密加入新配置的含 5% 香草醛冰醋酸与高氯酸(2:8)的混合液 1 mL, 摇匀, 密塞, 置 60 $^{\circ}\text{C}$ 水浴 15 min, 冷却 2 min。精密加入冰醋酸 5 mL, 摇匀, 在 380~800 nm 波长处扫描, 选取最大吸收波长 582 nm 为测定波长。

2.4 标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液 50, 100, 150, 200, 250, 300 μL , 分别置 5 mL 具塞试管中, 热风吹干甲醇,

放冷。精密加入新配置的含 5% 香草醛冰醋酸与高氯酸(2:8)的混合液 1 mL, 摇匀, 密塞, 置 60 $^{\circ}\text{C}$ 水浴冷却 2 min。精密加入冰醋酸 5 mL, 摇匀, 在 582 nm 波长处测定吸收度。以浓度(C)对吸收度(A)进行回归, 得回归方程为: $A = 3.2768C - 0.0227$, $r = 0.9996$, 在 0.0418~0.2507 mg 范围内线性关系良好。

2.5 样品测定 精密吸取对照品溶液及样品溶液 3 批各 200 μL , 分别置 5 mL 具塞试管中, 热风吹干甲醇, 放冷。精密加入新配置的含 5% 香草醛冰醋酸与高氯酸(2:8)的混合液 1 mL, 摇匀, 密塞, 置 60 $^{\circ}\text{C}$ 水浴 15 min, 冷却 2 min。精密加入冰醋酸 5 mL, 摇匀, 在 582 nm 波长处测定吸收度, 计算康欣胶囊中黄芪总皂苷的含量, 结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果

Tab 1 Determination of saponin in samples

批号	样品量/g	黄芪总皂苷含量/%
20020123	0.5851	1.35
20020302	0.5815	1.30
20020520	0.6078	1.38

2.6 精密度测定 对同一样品(批号 20020123)溶液, 重复测定 5 次, 结果 RSD 为 0.69%。

2.7 回收率测定 分别取样品(批号为 20020123, 黄芪总皂苷含量为 1.35%) 5 份, 精密称定, 然后, 分别加入黄芪甲苷对照品, 按样品制备及测定方法进行测定。结果见表 2。

表 2 回收率测定结果

Tab 2 Recovery of saponin in Kangxin capsules

编号	样品量 mg	加入量 mg	实测量 mg	回收率 %	均值 %	RSD %
1	3.0038	1.0782	4.0464	96.7		
2	3.5532	1.2115	4.7187	96.2		
3	4.1674	1.4328	5.5543	96.8	97.0	0.66
4	4.7790	1.6884	6.4252	97.5		
5	5.6038	1.8725	7.4351	97.8		

2.8 稳定性考察 在显色后 0, 15, 30, 45, 60, 90 min 测定总皂苷含量, 结果 60 min 内稳定。

2.9 重现性试验 取样品(批号 20020123) 5 份, 精密称定, 按样品制备及测定方法进行测定, 结果 RSD 为 1.62%。

3 讨论

本试验中曾采用香草醛-硫酸试剂比色法测定黄芪甲苷, 结果重现性较差。改用香草醛-冰醋酸比色法后, 测定结果稳定, 效果较好, 从而有效地控制成品的质量。

该法应在显色后 60 min 内测定, 误差较小。

参考文献:

- [1] 王宝瑟, 苏健, 鲁静. 黄芪甲苷的检测在中药质控中的应用[J]. 中国中药杂志, 1996, 21(3): 161.
- [2] 吴适居, 陈鸿英, 董锡山. 黄芪愈伤组织中增强免疫活性成分的含量研究[J]. 中成药, 1989, 11(2): 9.
- [3] 熊义涛, 蒋启明, 陶福华. 夕阳春口服液中总皂苷的含量测定[J]. 中国医院药学杂志, 1995, 15(12): 533.
- [4] 陆一心. 黄芪甲苷定量方法的研究[J]. 中成药, 1996, 18(2): 38.

[收稿日期] 2003-01-10

[作者简介] 周从辉, 男, 学士, 主管药师, 电话: 027-67128531, E-mail: wuhanky@263.sina.com