

# 滋阴调肝胶囊中酸枣仁皂甙 A 的含量测定

李喜凤(河南中医学院中药系 郑州 450003)

滋阴调肝胶囊是治疗妇女更年期综合症的一种新药。该制剂由酸枣仁、知母、川芎、茯苓、珍珠母、甘草、浮小麦、大枣 8 味药物组成。其中酸枣仁为君药,主要含酸枣仁皂甙等成分。采用双波长薄层扫描法测定本制剂中酸枣仁皂甙 A 的含量,作为其质控指标。

## 1 仪器与试药

日本岛津 CS-9301 型薄层扫描仪;定量毛细管(美国);硅胶 G(青岛海洋化工厂);酸枣仁皂甙 A 对照品(中国药品生物制品检定所);中药材,购于郑州市神州中西大药房,经鉴定符合 1995 年版《中国药典》一部有关要求;所用试剂均为分析纯。

**2 层析条件及扫描条件** 层析条件:0.5% CMC-Na 硅胶 G 板,厚度为 0.3mm;展开剂:正丁醇:甲酸:水(4:1:5)的上层液,展距 10cm;显色剂:2%香草醛硫酸乙醇溶液,70℃烘 2~3min 至显兰色斑点。

扫描条件:双波长反射法锯齿扫描, $\lambda_s = 630\text{nm}$ , $\lambda_r = 417\text{nm}$ ,线性化参数  $SX = 3$ ,狭缝  $0.4\text{mm} \times 0.4\text{mm}$ 。

**3 对照品溶液与供试品溶液的制备** 精密称取酸枣仁皂甙 A 对照品 1.04mg,加甲醇定容于 1ml 的容量瓶,作为对照品溶液。

精密称取胶囊内容物 1.6010g,用 80% 的乙醇溶解,水浴浓缩至无醇味,加水约 20ml,用乙醚萃取 3 次,每次 20ml,水溶液在水浴上挥之无醚味;用水饱和的正丁醇萃取 6 次,每次 15ml,合并正丁醇萃取液;用正丁醇饱和的氨水冲洗 2 次,每次 20ml,正丁醇溶液于水浴减压蒸干,残渣加甲醇溶解,转移到 10ml 容量瓶中加甲醇至刻度,作为供试品溶液。

**4 线性关系** 用定量毛细管吸取酸枣仁皂甙 A 对照品液 1,2,3,4,5 $\mu\text{l}$ ,分别点于同一薄层板上,按上述条件层析、扫描、测定。以对照品溶液浓度为横座标,斑点峰面积积分为纵座标,求得回归方程: $Y = 1658.3x - 3.8248$ , $r = 0.995$ 。结果表明:酸枣仁皂甙 A 点样量在 1.02 $\mu\text{g}$ ~5.10 $\mu\text{g}$  范围内,与斑点峰面积积分值呈良好的线性关系。

**5 稳定性试验** 取样品溶液 2 $\mu\text{l}$  点于薄层

板上,依法展开、显色、定位、扫描。每隔30min测定1次,结果表明,在2h内测定吸收度积分值是稳定的。

**6 样品含量测定** 用定量毛细管吸取供试品溶液4 $\mu$ l,对照品溶液2 $\mu$ l与4 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,用外标二点法测定供试品溶液中酸枣仁皂甙A的含量,结果见表1。

表1 样品测定结果

批号	含量(%)			$\bar{x}$	RSD(%)
970428	0.2004	0.2006	0.1981	0.1997	0.68
970506	0.1997	0.2013	0.2002	0.2004	0.20
970516	0.1989	0.2008	0.2012	0.2003	0.31

表2 加样回收率测定结果

编号	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{x}$ (%)	RSD(%)
1	2.76	2.702	97.91		
2	2.70	2.615	96.86	97.85	0.98
3	2.78	2.746	98.77		

**7 加样回收率试验** 精密称取已知含量的同一批号样品,分别精密加入一定量的酸枣仁皂甙A对照品,依法提取分离测定,结果

见表2。

**8 精密度试验** 在同一硅胶G薄层板上,点5个相同量的样品溶液,依法展开扫描测定, $RSD=0.56\%$ ;在5块硅胶G薄层板上点相同量的样品溶液,展开扫描测定, $RSD=1.84\%$ ,对同一斑点连续扫描测定5次, $RSD=0.51\%$ 。

## 9 讨论

试验中用0.5mm厚的板时,展开时间长达2.5h,而用0.3mm厚的板,仅1h即可展开,故认为用0.3mm厚的板展开酸枣仁皂甙A比较合适。

酸枣仁皂甙A为酸枣仁的主要活性成分,含量测定方法有报道<sup>[1]</sup>,故此制剂以酸枣仁皂甙A为定量指标。

## 参考文献

- 1 王键、林晓. 酸枣仁中酸枣仁皂甙A和B的含量测定. 中草药,1996,27(3):154

(收稿:1997-12-30)